

Trabajo Fin de Grado

Puesta a punto de un equipo de medida de la
velocidad de la corrosión y realización de
experimentos.

Setting up an equipment for measuring corrosion
rates and performing experiments.

Autor/es

Alberto Sánchez Castelló

Director/es

Ricardo Rios Jordana

Escuela de Ingeniería y Arquitectura EINA- Universidad de Zaragoza
2018



DECLARACIÓN DE AUTORÍA Y ORIGINALIDAD

(Este documento debe acompañar al Trabajo Fin de Grado (TFG)/Trabajo Fin de Máster (TFM) cuando sea depositado para su evaluación).

D./D^a. ALBERTO SÁNCHEZ CASTELLÓ,

con nº de DNI 73133002-V en aplicación de lo dispuesto en el art.

14 (Derechos de autor) del Acuerdo de 11 de septiembre de 2014, del Consejo de Gobierno, por el que se aprueba el Reglamento de los TFG y TFM de la Universidad de Zaragoza,

Declaro que el presente Trabajo de Fin de (Grado/Máster)
GRADO, (Título del Trabajo)

PUESTA A PUNTO DE UN EQUIPO DE MEDIDA DE LA VELOCIDAD DE LA
CORROSION Y REALIZACION DE EXPERIMENTOS.

es de mi autoría y es original, no habiéndose utilizado fuente sin ser citada debidamente.

Zaragoza, 10 de Septiembre 2018

Fdo: ALBERTO SÁNCHEZ CASTELLÓ

Resumen

En este trabajo de fin de grado (TFG) hemos estudiado el funcionamiento de un equipo comercial de medidas electroquímicas de la corrosión, controlado por computador con un software del mismo equipo. Ante la falta de un manual de usuario para este programa, hemos diseñado experimentos de corrosión sobre 8 materiales diferentes (cobre, aluminio, latón, acero inoxidable y cuatro superaleaciones de base níquel), y les hemos aplicado dos de los 7 programas posibles de los que dispone el programa de control. Se han seguido los pasos indicados, analizando los parámetros requeridos, y hemos determinado la función de algunos de ellos. En concreto, la realización de las medidas de Polarización (o Extrapolación de Tafel) y de las de Polarización Cíclica, que son los dos ensayos que hemos escogido de los posibles, ya que son de empleo muy extendido. Hemos montado la celda electroquímica con un electrodo de referencia del tipo Plata-Cloruro de Plata, y un electrodo auxiliar (o contraelectrodo) de Platino, ambos muy empleados en los ensayos electroquímicos de corrosión. Para el electrodo de trabajo, el tercer electrodo necesario para los ensayos, establecimos la secuencia de su preparación, la misma para cada material. Como electrolitos empleamos dos, agua del grifo y agua salada; el primero de muy poca corrosividad y el segundo muy ampliamente empleado por la agresividad que para muchos materiales metálicos poseen los iones cloruro disueltos. Los resultados de los dos ensayos nos han permitido redactar una guía de uso rápido para los dos ensayos realizados, y sería interesante completarlos. En este trabajo mostramos también los resultados determinados por el programa para los 8 materiales, hemos trabajado de forma manual algunos de los resultados numéricos de los ensayos, obteniendo parámetros como la velocidad de corrosión por la extrapolación de Tafel y la Resistencia de Polarización, y los hemos comparado con los resultados del programa. El trabajo lo hemos completado con la metalografía de algunos de los materiales ensayados.

Contenido

Resumen	1
Capítulo 1: Introducción	5
1.1 La corrosión y la medida de su velocidad	5
La corrosión electroquímica	5
La extrapolación de Tafel	7
El método de Stern-Geary o de la Resistencia de Polarización	8
1.2 Aspectos básicos de algunas técnicas electroquímicas	9
Polarización Lineal o Extrapolación de Tafel	9
Polarización Cíclica	12
Capítulo 2: Objeto y Alcance	15
2.1 Objeto del Trabajo Fin de Grado	15
2.2 Alcance del trabajo fin de grado	16
Capítulo 3: Experimentación y Resultados	17
3.1 Preparación de las probetas	17
3.2 Montaje experimental	19
3.3 Medios electroquímicos	21
3.4 Realización del ensayo “Pitting corrosion” (Tafel)	21
3.5 Realización del ensayo de “Voltammetry $i=f(E)$ ”	26
3.6 Resultados de la extrapolación de Tafel	27
3.7 Resultados de la Polarización Cíclica	29
Capítulo 4: Conclusiones y Recomendaciones	31
4.1 Conclusiones	31
4.2 Recomendaciones	32
Referencias	33
Anexo 1a: Guía Rápida de Usuario	35
Como realizar paso a paso un ensayo de “Pitting corrosion”	35
Anexo 1b: Guía Rápida de Usuario	47
Como realizar paso a paso un ensayo de “Voltammetry $i=f(E)$ ”	47
Anexo 2: Fotografías	55
Primer proceso preparación de probetas	55
Interfaz del programa VoltaMaster 1	58

Estado superficial de las probetas tras los ensayos.....	60
Segundo proceso preparación de las probetas	61
Ensayos de metalografía.....	62
Anexo 3: Ensayos.....	63
Acero: Gráficas experimentales.....	63
Acero: Gráficas trabajadas manualmente	67
Acero. Metalografía	71
Aluminio: Gráficas experimentales.....	72
Aluminio: Gráficas trabajadas manualmente	76
Cobre: Gráficas experimentales.....	79
Cobre: Gráficas trabajadas manualmente	84
Cobre: Metalografía.....	90
Latón. Curvas de Polarización.....	93
Latón: Gráficas trabajadas manualmente.....	95
Latón: Metalografía	97
Acero Inoxidable: Gráficas experimentales	98
Acero Inoxidable: Gráficas trabajadas manualmente	99
Superalación 601: Gráficas experimentales	100
Superalación 601: Gráficas trabajadas manualmente.....	103
Superalación 617 OHM: Gráficas experimentales.....	109
Superalación 617 OHM: Gráficas trabajadas manualmente	110
Superalación 617 SM: Gráficas trabajadas manualmente.....	113
Superalación 625: Gráficas experimentales	116
Superalación 625: Gráficas trabajadas manualmente.....	119

Capítulo 1: Introducción

1.1 La corrosión y la medida de su velocidad

Desde hace mucho tiempo, el ser humano ya percibió los daños que podía causar el fenómeno de la corrosión. Así que se dedicaron grandes esfuerzos a tratar de prevenirla. Pero para lograrlo fue necesario, en primer lugar, comprender el mecanismo por el cual ocurría la corrosión, y después desarrollar métodos para medir la velocidad de corrosión.

Al inicio, aún sin comprender el mecanismo por el cual esto sucedía, el ser humano ya podía medir y cuantificar sus efectos. De aquí surgieron los métodos gravimétricos, basados en la diferencia de masa a lo largo del tiempo, para evaluar la velocidad a la que se producía este fenómeno. Este método es lento, ya que se necesita esperar a que se produzcan diferencias de masa apreciables para poder calcular la velocidad del proceso, pero es sencillo y económico, y permite además analizar los productos de la corrosión.

Los procedimientos electroquímicos empleados hoy permiten, entre otras cosas, determinar la velocidad de corrosión de una forma mucho más rápida que con los métodos gravimétricos. Las referencias [1-3] son muy útiles para una inmersión inicial en el tema de la corrosión en general y en la electroquímica en particular, y de los ensayos electroquímicos de medida. La referencia [3] es útil para los ensayos de corrosión.

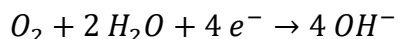
La corrosión electroquímica

La corrosión más habitual a temperatura ambiente es la electroquímica, en la que el metal está en contacto con un electrolito, conductor de la electricidad, como el agua, la humedad, las soluciones químicas, los terrenos, etc.

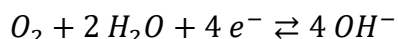
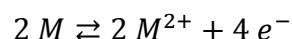
En la superficie del metal, en la llamada zona anódica, es donde se produce la reacción de corrosión (químicamente, una reacción de oxidación), que es la disolución del metal en el electrolito, pasando a catión (por ejemplo, a valencia +2) y cediendo electrones:



Los electrones cedidos circulan por el metal (es muy buen conductor eléctrico), y en otra zona de la superficie (muy próxima o muy alejada de la zona anódica), denominada zona catódica, esos electrones son capturados por especies disueltas en el electrolito (químicamente, una reacción de reducción), como, por ejemplo, lo que ocurre en el agua aireada (hay muchas otras posibles reacciones de reducción):



Tanto la reacción de oxidación (anódica) como la de reducción (catódica), en el equilibrio particular y aisladas entre sí, tienen un potencial E^{rev} y una intensidad de intercambio, i_0 , o densidad de corriente de intercambio, i_0 (cada una se particulariza con los subíndices a y c, respectivamente). La densidad de corriente de intercambio (o la intensidad de intercambio) es el flujo de electrones que hacen reversibles ambas reacciones:



y el potencial se determina con la ecuación de Nernst. Los valores E_a^{rev} y E_c^{rev} y $i_{0,a}$ e $i_{0,c}$ marcan en un diagrama E vs. log (i) unos puntos de inicio, tal y como se muestra en la Imagen 1.1 [4].

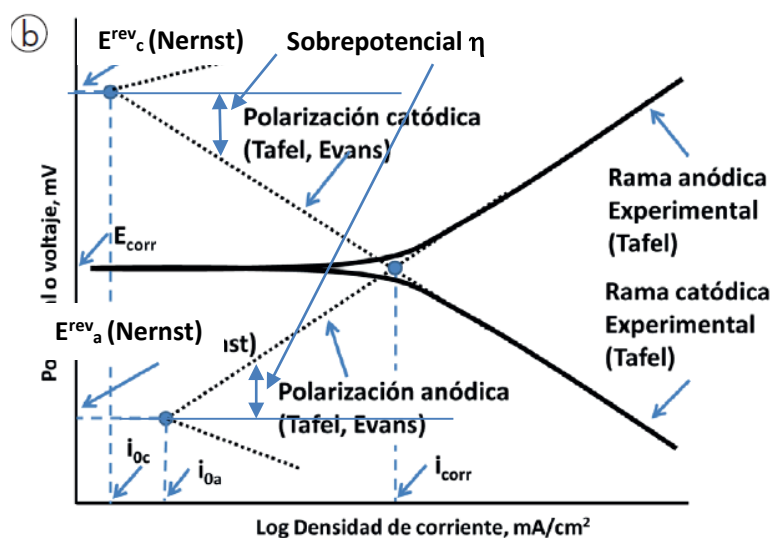


Imagen 1.1

Al ponerse en contacto ambas zonas se produce la polarización, que es la confluencia de los dos potenciales de partida a uno común, llamado mixto, siguiendo, cuando la polarización es de activación

(hay otros componentes de la polarización, como la de concentración y la de resistencia), unas líneas rectas en esa representación semilogarítmica, como podemos ver en la misma Imagen 1.1 (esto es un diagrama de Evans). El punto de confluencia marca un potencial llamada de corrosión, E_{corr} , y una intensidad de corrosión, i_{corr} , o densidad de corriente de corrosión, i_{corr} , que son los valores de utilidad para los ingenieros e investigadores de la corrosión.

La diferencia entre el potencial E y el potencial de equilibrio E^{rev} de ambas rectas de polarización (anódica y catódica) se le llama sobrepotencial, η .

La extrapolación de Tafel

A inicios del siglo XX, [Tafel \[5\]](#) comenzó a estudiar sistemáticamente la corrosión por medios electroquímicos, y una de sus conclusiones fue el establecimiento definitivo de la relación lineal existente entre el sobrepotencial (η) y el logaritmo de la intensidad de corriente (I), tanto de la reacción anódica (signo +) como de la catódica (signo -), siendo b la pendiente de Tafel, distinta para la rama anódica (b_a) y para la rama catódica (b_c):

$$\eta = a \pm b \log(I \text{ o } i)$$

En 1938, [Wagner y Traud \[6\]](#) sentaron las bases de la teoría del potencial mixto, que explica como las reacciones de oxidación y reducción, propias de la corrosión, ocurren en la interfase del metal con el electrolito. Estos autores también demostraron que es posible calcular la velocidad de corrosión mediante métodos electroquímicos, y obtuvieron buenos resultados a través de las curvas de polarización, utilizando lo que ahora se conoce como “Extrapolación de Tafel” o “Método de Tafel”. Estos procedimientos electroquímicos son muy rápidos comparados con los métodos gravimétricos. El desarrollo de las linealizaciones de las curvas de polarización, en un electrodo que se corroe (disolución del metal) y la evolución de hidrógeno, ambas reacciones al potencial mixto o de corrosión, es la siguiente [14], y el significado de los parámetros se tiene en la Imagen 1.1:

$$i_a = i_{0,a} \cdot \exp\left(\frac{E - E_a^{rev}}{b'_a}\right)$$

$$i_c = i_{0,c} \cdot \exp\left(\frac{E_c^{rev} - E}{b'_c}\right)$$

siendo i_0 las densidades de corriente de intercambio de las reacciones anódica (a) y catódica (c), el sobrepotencial $\eta = E - E^{rev}$, b es la pendiente de Tafel, y $b' = b/2.3$. La corriente neta medida en el potenciostato en el ensayo de polarización es la diferencia entre ambas intensidades en sus valores absolutos [7]:

$$i_{net} = i_a - |i_c| = i_{0,a} \cdot \exp\left(\frac{E - E_a^{rev}}{b'_a}\right) - i_{0,c} \cdot \exp\left(\frac{E_c^{rev} - E}{b'_c}\right)$$

En el potencial de corrosión, $E = E_{corr}$, la intensidad neta es cero (los electrones cedidos por la reacción de oxidación son consumidos por la de reducción, por lo que el potencióstato no mide nada, porque nada sale del electrodo que se corroe). Esto quiere decir que:

$$i_a = |i_c| = i_{corr}$$

con lo que:

$$i_{corr} = i_{0,a} \cdot \exp\left(\frac{E_{corr} - E_a^{rev}}{b'_a}\right) = i_{0,c} \cdot \exp\left(\frac{E_c^{rev} - E_{corr}}{b'_c}\right)$$

Despejando $i_{0,a}$ e $i_{0,c}$ de la fórmula anterior, se tiene:

$$i_{0,a} = i_{corr} \cdot \exp\left(\frac{E_a^{rev} - E_{corr}}{b'_a}\right)$$

$$i_{0,c} = i_{corr} \cdot \exp\left(\frac{E_{corr} - E_c^{rev}}{b'_c}\right)$$

y sustituyendo en la ecuación de i_{net} :

$$i_{net} = i_{corr} \cdot \left[\exp\left(\frac{E - E_{corr}}{b'_a}\right) - \exp\left(\frac{E_{corr} - E}{b'_c}\right) \right] = i_{corr} \cdot \left[10^{\left(\frac{E - E_{corr}}{b_a}\right)} - 10^{\left(\frac{E - E_{corr}}{b_c}\right)} \right]$$

Un ajuste por mínimos cuadrados de los resultados experimentales a la ecuación anterior permite obtener los valores de E_{corr} , i_{corr} , b_a y b_c , suponiendo que se produce un comportamiento perfecto de Tafel, tanto de la reacción anódica como de la reacción catódica, y que las extrapolaciones de las zonas de Tafel de ambas curvas intersectan en el potencial de corrosión.

El método de Stern-Geary o de la Resistencia de Polarización

En 1957, [Stern y Geary \[8\]](#), basándose en la teoría del potencial mixto (es el potencial de corrosión E_{corr}) y en las ecuaciones de la cinética electroquímica, obtuvieron unas ecuaciones que relacionaban las pendientes de las curvas de polarización anódica (pendientes de Tafel), b_a , y catódica, b_c , y la relación lineal aproximada entre el potencial, ΔE , y la intensidad, ΔI , en el entorno del potencial de corrosión, E_{corr} , con la velocidad de corrosión (i_{corr}), dando así origen al método de Polarización Lineal o de la Resistencia a la Polarización, R_p :

$$i_{corr} = \frac{b_a b_c}{2.303 (b_a + b_c)} \cdot \frac{\Delta I}{\Delta E} = \frac{B}{R_p}$$

La constante de proporcionalidad B debe calcularse de forma empírica, bien por procedimientos gravimétricos, bien con el valor de las pendientes de Tafel. La Resistencia de Polarización se calcula al potencial de corrosión. Para su determinación solamente hay que variar el potencial en un margen muy pequeño alrededor del potencial de corrosión; ésta es la diferencia con respecto al método de la Extrapolación de Tafel, en el que hay que aplicar amplios sobrepotenciales por encima y por debajo del potencial de corrosión.

Aunque las pendientes de Tafel no se conozcan, se sabe que su efecto sobre los valores de B no son tan amplios; de hecho, en una gran número de casos habituales [9], B está comprendido entre 0.013 y 0.052 V, con lo que los cálculos con estos valores de la velocidad de corrosión pueden tener un error de dos, que puede ser aceptable en muchos casos prácticos. No obstante, en la referencia [9] se muestran valores de B para cuatro materiales (acero, cobre, cinc y acero inoxidable) en cuatro medios de distintas características (agua destilada, agua potable, solución acuosa de NaCl al 3%, solución básica de NaOH 10^{-3} N y solución ácida de HCl 10^{-3} N), determinados mediante la extrapolación de Tafel (pendientes de las curvas anódica y catódica) y por medios gravimétricos. La siguiente referencia es de interés sobre la Resistencia de Polarización [10].

Esta es parte de la evolución de los diferentes métodos electroquímicos para evaluar la velocidad de corrosión. Nosotros, con nuestro instrumental de laboratorio, nos vamos a centrar en reproducir los métodos electroquímicos basados en la extrapolación de Tafel, realizando 2 tipos de ensayos diferentes, el de la extrapolación de Tafel (Curvas de Polarización) y el de Voltametría (Polarización Cíclica). Además, se completará este trabajo con un cálculo de las resistencias de polarización.

1.2 Aspectos básicos de algunas técnicas electroquímicas

Polarización Lineal o Extrapolación de Tafel

Cuando un material metálico se introduce en un medio líquido conductor de la electricidad (electrolito), adquiere espontáneamente un potencial con relación a alguno empleado como referencia, que se denomina potencial libre, potencial mixto o potencial de corrosión, E_{corr} . A ese potencial, que depende del material y el medio en el que está inmerso, el material se corroe a una determinada velocidad, que es la que se quiere determinar.

Para medir esa velocidad de corrosión por medios electroquímicos es necesario, tal como se inventó, tener una celda electroquímica con tres electrodos: trabajo (muestra que se corroe), referencia (que mide el potencial de la muestra) y auxiliar (que mide la intensidad circulante), y hacer variar, mediante un potencióstato, el potencial de la muestra por encima y por debajo del potencial libre, midiéndose la intensidad, I (o la densidad de corriente, i , que es la intensidad por unidad de área del electrodo de trabajo), como respuesta, ver Imagen 1.2 [11]. Con esa variación se obtienen las curvas de polarización de forma experimental, y mediante la extrapolación de Tafel se determina la velocidad de corrosión como una intensidad (I_{corr}) o una densidad de corriente (i_{corr}). Como puede observarse, la intensidad anódica es positiva (>0), y la catódica, negativa (<0).

Hay que tener en cuenta que cuando en el barrido se pasa por el potencial libre, la intensidad es nula, ya que en ese punto los electrones involucrados en la reacción redox no salen de la muestra. Sin embargo, si se representa la gráfica potencial – \log_{10} (intensidad o densidad de corriente), ver Imagen 1.3 [11], mediante la extrapolación de Tafel es posible estimar la intensidad (velocidad de

corrosión) mediante la linealización de las curvas de polarización anódica y catódica en las proximidades del potencial libre, ver Imagen 1.4 [11]. El corte de ambas líneas extrapoladas en el potencial libre es el que marca dicha intensidad de corrosión, i_{corr} ; es la denominada extrapolación de Tafel. (Hay que tener en cuenta que los valores de la intensidad de la rama catódica son negativos, y para pasarlos a escala logarítmica deben tomarse en sus valores absolutos.)

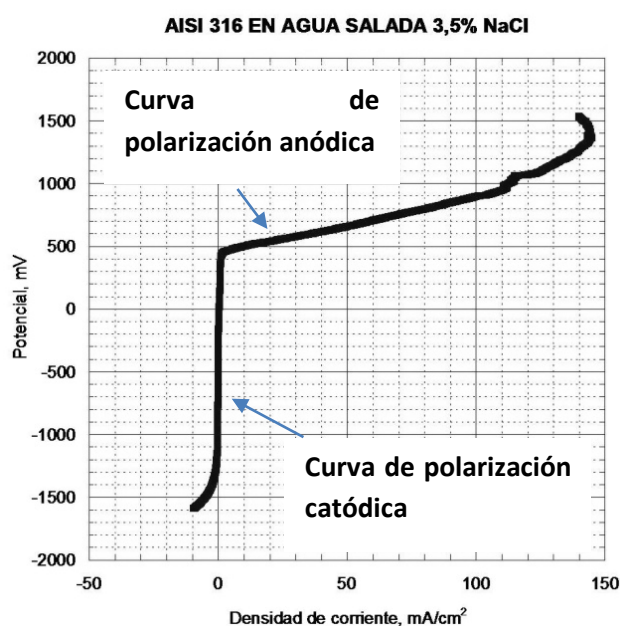


Imagen 1.2

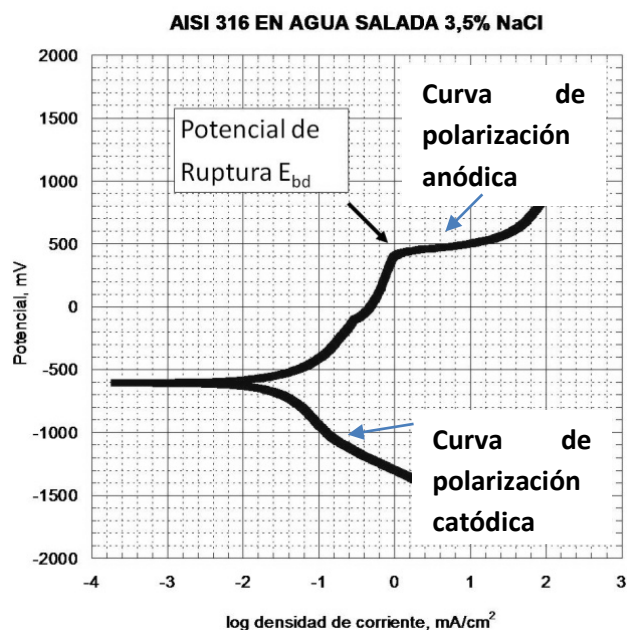


Imagen 1.3

La extrapolación de Tafel tiene sus riesgos, porque no siempre es fácil hacerla, y en muchos casos porque en alguna de las ramas (la anódica o la catódica) no se observa con claridad un tramo recto para realizar esa linealización y posterior extrapolación hacia el potencial libre. Estas desviaciones pueden invalidar el procedimiento [12].

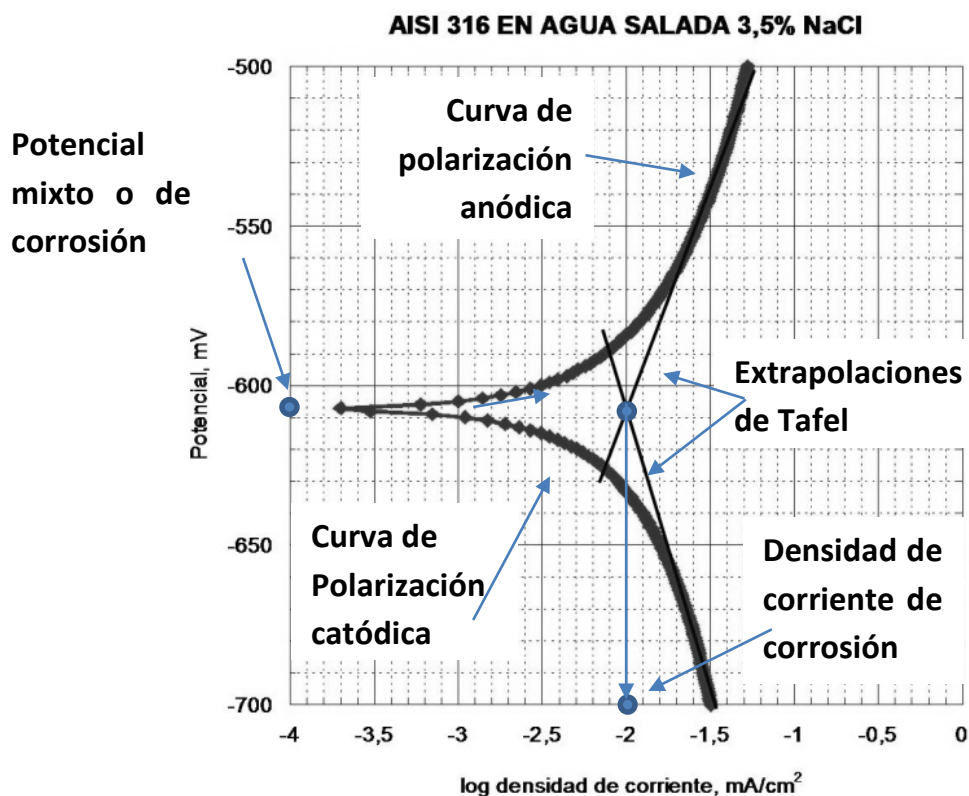


Imagen 1.4

Las pendientes de las linealizaciones (b_a , de la curva anódica que aumenta su potencial, y b_c , de la curva catódica que disminuye su potencial) son parámetros que se emplean en la determinación de la velocidad de corrosión calculando, en un entorno muy pequeño del punto del potencial libre y de intensidad 0, la Resistencia de Polarización, R_p , ver Imagen 1.5 [11]:

$$\frac{\Delta E}{\Delta I} = R_p$$

Conocida ésta y las pendientes b_a y b_c se determina la i_{corr} (densidad de corriente de corrosión, que es la intensidad de corrosión dividida por el área de la muestra de trabajo) mediante la fórmula de Stern-Geary, que reproducimos de nuevo:

$$i_{corr} = \frac{b_a \cdot b_c}{2.303 \cdot (b_a + b_c)} \cdot \frac{1}{R_p}$$

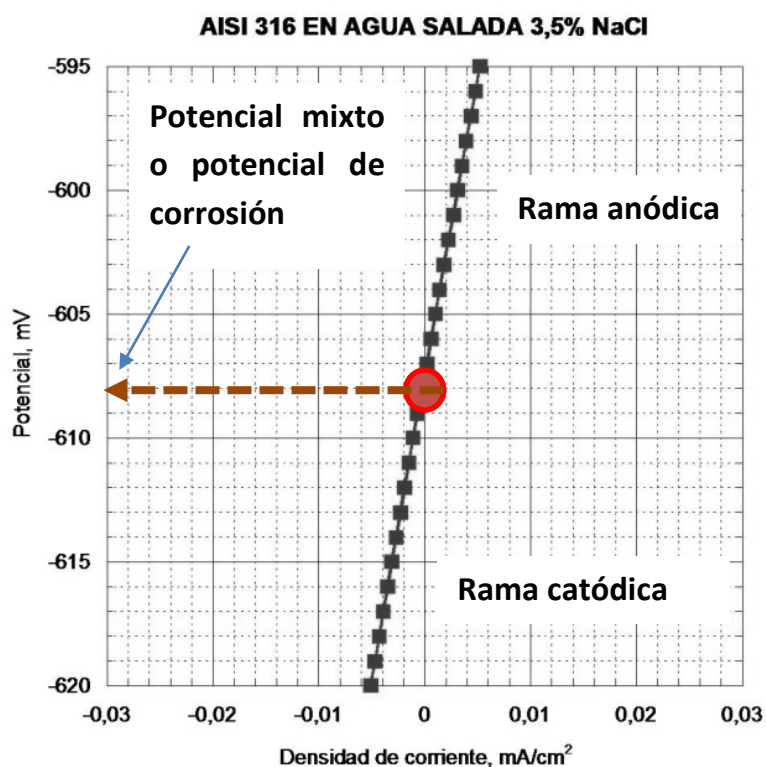


Imagen 1.5

El valor de i_{corr} , por ejemplo, en unidades de mA/cm^2 , se puede transformar en un parámetro más útil y práctico desde el punto de vista ingenieril, en unidades de pérdida de espesor por año, Δe , $\text{cm}/\text{año}$. Para pasar de densidad de corriente de corrosión a pérdida de espesor por año es preciso conocer el grado de oxidación del metal, n , que son los electrones intercambiados, su densidad, ρ , y su peso atómico promedio, Pa . La fórmula que se aplica es la siguiente (con la densidad de corriente en mA/cm^2):

$$\Delta e = \frac{i_{corr} \cdot (365 \cdot 24 \cdot 3600) \cdot Pa}{96500 \cdot n \cdot \rho} \cdot 10 \text{ (en mm/año)}$$

El valor de 96500 Culombios es la constante de Faraday, y es la carga de 1 mol de electrones.

En muchas situaciones de medida de la velocidad de corrosión, la extrapolación de Tafel y la medida con la resistencia de polarización da valores muy similares.

Polarización Cíclica

Cuando la polarización se realiza en un sentido y éste se revierte, se obtienen las curvas de polarización cíclicas (también llamadas no muy propiamente voltametrías). Este ensayo tiene un objetivo distinto del anterior, y se emplea principalmente en metales pasivables (un metal pasivable

es el que posee una zona en la que se forma una capa de óxido estable en su superficie que no se disuelve en el electrolito) para estudiar su posible ruptura y repasivación en el camino de vuelta. En la Imagen 1.6 se muestra la curva anódica de un acero inoxidable en la que se observa que está en estado pasivo, que es una ampliación de la rama anódica de la Imagen 1.2 [11]. El potencial de ruptura es aquél a partir del cual la capa de pasivación deja de proteger al metal, y pierde su pasividad por formación de picaduras estables que crecen. Este hecho hace que la velocidad de corrosión aumente significativamente.

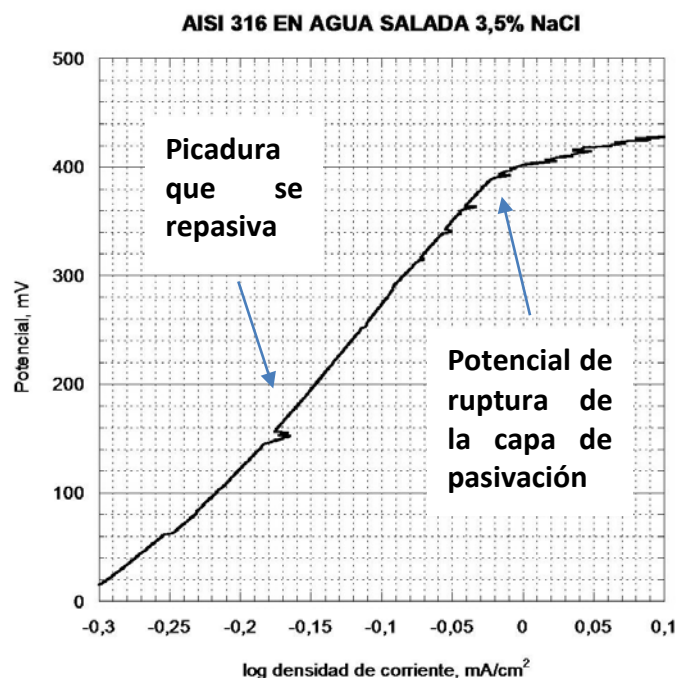


Imagen 1.6

Si una vez alcanzado el potencial máximo establecido, se revierte el sentido del barrido de potencial, se obtienen distintas formas de la polarización cíclica con distintos significados; en la Imagen 1.7 se muestran dos casos de metales previamente pasivados.

En la gráfica de la izquierda de la Imagen 1.7, el metal no sufre picaduras en su zona de pasividad, y es fácilmente observable que en la vuelta se alcanza un potencial de corrosión superior al inicial, pero con una velocidad de corrosión muy inferior. Esto quiere decir que la capa de pasivación ha engrosado y protege todavía más al metal.

En el caso de la gráfica de la derecha de la imagen anterior, se produce la formación de picaduras tras alcanzarse y superarse el potencial de ruptura. El camino de vuelta no repasiva al metal, quedando con un potencial de corrosión y una velocidad de corrosión más elevadas que en su condición inicial de pasividad. En la referencia [13] se muestran distintas situaciones de polarización cíclica y sus correspondientes explicaciones.

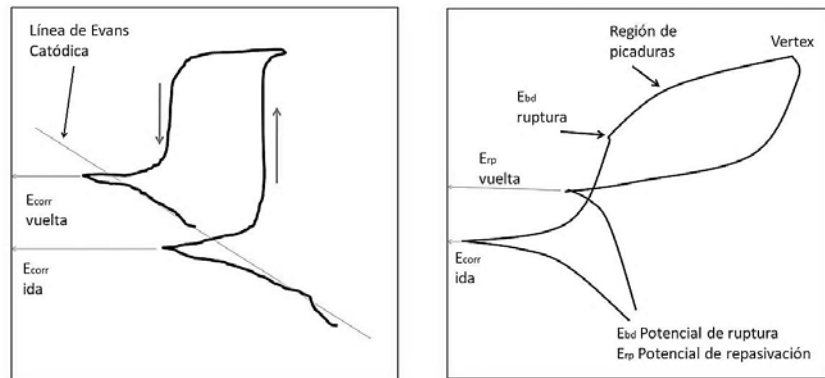


Imagen 1.7

NOTA FINAL Se han descrito brevemente estos ensayos concretos porque son los que se han realizado experimentalmente en este trabajo de fin de grado. Estos conceptos nos ayudan a analizar los resultados de los ensayos de que se han obtenido en este trabajo.

Capítulo 2: Objeto y Alcance

2.1 Objeto del Trabajo Fin de Grado

El objeto de este proyecto es la puesta a punto del equipo de laboratorio del que dispone el área de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica de la EINA (Universidad de Zaragoza) para realizar ensayos electroquímicos relacionados con la velocidad de corrosión.

El equipo es el Potenciostato-Galvanostato Voltalab 21 PGP 201, que es una unidad de laboratorio de la casa Radiometer Copenhagen, que junto con su software de análisis y control VoltaMaster 1 sirven para realizar estudios de la corrosión (Imagen 2.1).



Imagen 2.1

Este equipo de laboratorio permite utilizar diferentes comandos para realizar los distintos ensayos de corrosión. Éstos pueden ser ensayos con un único comando, o bien pueden ser más complejos y encadenar varios sucesivos. Los comandos que se pueden usar en el programa son los siguientes:

1. Pausa.
2. Potencial de circuito abierto.

3. Resistencia de polarización.
4. Cronopotenciometría.
5. Voltametría $i=f(E)$ y $E=f(I)$.
6. Evans.
7. Corrosión por Picaduras (Pitting Corrosion).
8. Voltametría estacionaria $i=f(E)$ y $E=f(I)$.

Para el uso correcto de este equipo se investigó en busca de un manual de usuario o de instrucciones, el cual explicase qué función tienen las diferentes ventanas, en las que hay que introducir datos iniciales del material y de las condiciones de las medidas, y comandos, y qué se realiza en cada modo de ensayo y de qué manera, pero no se posee esa documentación.

Así se decidió que parte del objeto de este proyecto es la realización de ensayos de velocidad de la corrosión para 8 materiales diferentes, observando el funcionamiento del equipo y de su programa de control, para después poder elaborar una guía que sirva para la comprensión rápida de cómo funciona el sistema y pueda utilizarse en un futuro en prácticas académicas o en trabajos de investigación.

2.2 Alcance del trabajo fin de grado

En referencia al alcance nos hemos centrado en la realización de los tipos de ensayo 5 y 7, siguiendo las pautas generales a partir de la bibliografía, y hemos realizado pruebas alterando dichas pautas para ver la influencia que tienen los diferentes cambios en los resultados de los ensayos. De esta manera se puede determinar la función de las diferentes entradas (*inputs*) que nos solicita el programa VoltaMaster 1, en cada uno de los casos.

Con los ficheros de resultados que el programa VoltaMaster 1 genera, hemos confeccionado en algunos de los materiales sus gráficas de Polarización y calculado manualmente los valores de velocidad de corrosión, así como otros parámetros de interés, como la Resistencia de Polarización. También hemos analizado las curvas de Polarización cíclica y discutido si ha habido repasivación o no en aquellos materiales pasivables o previamente pasivados.

Complementariamente a lo anterior, hemos realizado ensayos de metalografía en una parte de las muestras a fin de observar su microestructura.

Capítulo 3: Experimentación y Resultados

3.1 Preparación de las probetas

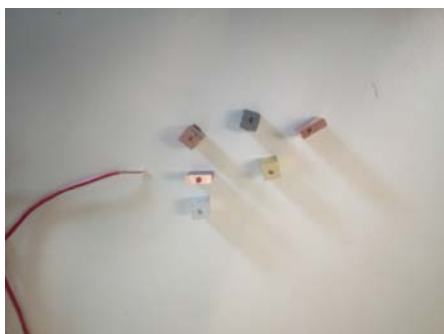
La experimentación la realizamos con 11 probetas elaboradas en dos tandas. La primera tanda (Anexo 2: Fotografías) se elaboró con metales comunes procedentes de las probetas que se utilizan habitualmente en las prácticas que se llevan a cabo en el Área. La segunda tanda (Anexo 2: Fotografías) se elaboró con diferentes superaleaciones de base níquel. En la Tabla 3.1 se muestran estos materiales y el estado metalúrgico de algunos de ellos. También se indica en la tabla el área de cada muestra expuesta al electrolito (éste es un dato importante para el cálculo de la velocidad de corrosión).

Probeta	material	tratamiento	area (cm ²)
1.13.1	aluminio	suministro (1)	1
2.26-6.1	acero	suministro (1)	1
3.29-30.1	laton	suministro (1)	1
4.29.1	cobre	suministro (1)	1
5.29.2	cobre	recocido(2)	0,75
6.29.3	cobre	laminado(3)	0,75
AC.INOX	acero	inoxidable	0,9
S.617,SM	superaleacion	sm	1,4
S.617.OHM	superaleacion	ohm	0,9
S.601	superaleacion		1,33
S.625	superaleacion		1,14

Tabla 3.1

El método de preparación fue similar en todos los casos:

1. Cortamos con la tronzadora un pedazo de material que se acomode al tamaño de muestra que necesitamos.
2. Realizamos una pequeña perforación en una de sus caras en la que soldaremos el cable que nos servirá para hacer de la muestra el electrodo de trabajo (Imagen 3.1).

**Imagen 3.1****Imagen 3.2**

3. Realizamos una soldadura de estaño de un trozo de cable en la perforación que hemos realizado (Imagen 3.2). Con un polímetro nos aseguramos que el contacto eléctrico es correcto (Imagen 3.3).

**Imagen 3.3**

4. A continuación, procedemos a montar en resina (empastillado) las muestras, que las colocamos lo más verticalmente posible en el molde de caucho o de otro material que podamos emplear. Entonces, en un recipiente aparte añadimos partes iguales de Isocianato y Polyol, que mezclamos vigorosamente, y lo vertemos en el molde en el que está la muestra. Al cabo de unos 10 minutos, la mezcla ha polimerizado y la muestra está lista para ser extraída del molde (Imagen 3.4). En la primera tanda de probetas sobresalía parte del cable pelado de la pastilla del polímero, y para aislarlo se selló con pegamento termofusible, de manera que únicamente hubiese conductividad

eléctrica por la superficie de la muestra cuando se introdujeran las probetas en el electrolito. En la segunda tanda este problema se solucionó con anterioridad asegurando que no sobresalía cable pelado de la pastilla.

5. Finalmente nos quedaba preparar bien la superficie de la muestra metálica para el ensayo de corrosión, para lo cual se desbastaron las probetas con una lija de 400 y después se les dio un acabado superficial más fino con una lija de 1800 (Imagen 3.5).



Imagen 3.4



Imagen 3.5

3.2 Montaje experimental

Con los medios disponibles en el laboratorio, montamos nuestra celda electroquímica. Los componentes utilizados fueron:

- 3 electrodos (trabajo, auxiliar, referencia, Imagen 3.6):
 - Electrodo de trabajo, formado por la probeta objeto de ensayo en cada caso.

- Electrodo de referencia, de Plata – Cloruro de Plata.
- Electrodo auxiliar, o contraelectrodo, de platino.

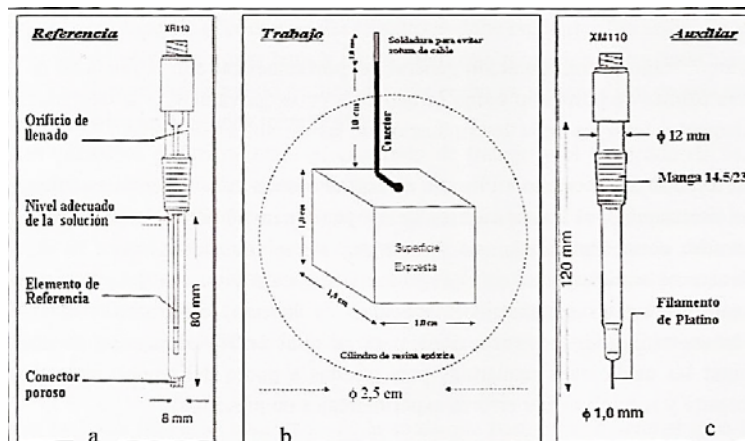


Imagen 3.6

- Potenciostato-Galvanostato modelo Voltalab.
 - Software de control y análisis, VoltaMaster 1.
 - Celda, compuesta por un recipiente de cristal, una tapa con orificios porta-electrodos y una junta de goma para ajustar el porta-electrodos al recipiente.
 - Diferentes cables de conexión entre los electrodos y el potenciostato-galvanostato.

El montaje a seguir es, en cada uno de los ensayos, idéntico al mostrado en la imagen 3.7.

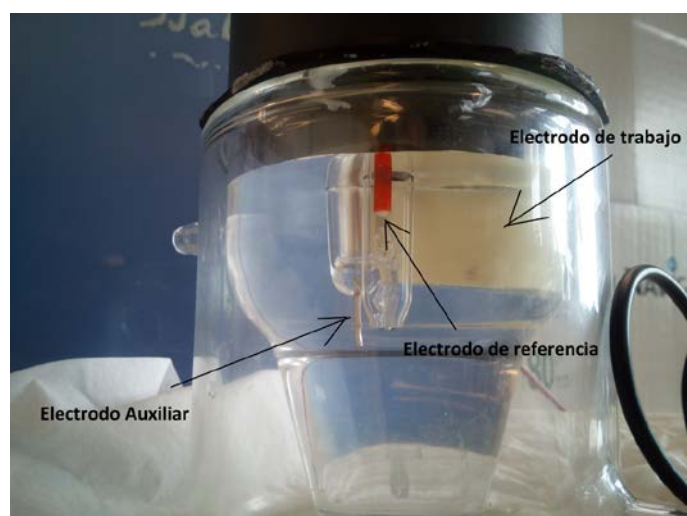


Imagen 3.7

A continuación, se llena el recipiente con la solución preparada, se introducen los electrodos de referencia y el auxiliar por la parte superior del porta-electrodos, y con el electrodo de trabajo, se introduce el cable desde abajo por su orificio correspondiente; después se introducen los electrodos en el recipiente, y se ajustan para intentar que la distancia entre los 3 fuese la mínima posible.

3.3 Medios electroquímicos

En la Tabla 3.2 se muestran los distintos materiales y los medios electroquímicos utilizados con cada uno de ellos. El agua salada fue preparada añadiendo 35 g de sal común a 1 litro de agua del grifo (3,5%).

Código	material	disolución
2.26-6.1	Acero	agua del grifo
1.13.1	Aluminio	agua del grifo
4.29.1	cobre	agua del grifo
6.29.3	cobre laminado	agua del grifo
5.29.2	cobre recocido	agua del grifo
3.29-30.1	latón	agua del grifo
Ainox	Acero inox.	agua salada
S601	súper aleación	agua salada
S617 SM	súper aleación	agua salada
S617 OH	súper aleación	agua salada
S625	súper aleación	agua salada

Tabla 3.2

3.4 Realización del ensayo “Pitting corrosion” (Tafel)

Este ensayo consiste en hacer un barrido de potenciales de aproximadamente ± 300 mV en torno al potencial libre. Durante este barrido, lo que hacemos al inducir la diferencia de potencial entre el electrodo de trabajo y el de referencia es favorecer la reacción electroquímica redox en ambos sentidos: el de oxidación (corrosión, rama anódica) y el de reducción (rama catódica). Mientras, registramos y graficamos la intensidad (o densidad de corriente) que circula (Imagen 3.8). En el eje X se muestra el potencial en mV y en el eje Y la densidad de corriente en mA/cm². Para la obtención de esta gráfica ha sido necesario introducir en el programa de control el área expuesta de la muestra, ya

que el sistema mide inicialmente intensidad y potencial. Conocida la superficie expuesta de la muestra ensayada, la densidad de corriente no es más que la intensidad dividida por dicha área.



Imagen 3.8

Para realizar el ensayo conectamos los electrodos al potencióstato y dejamos que se estabilice el potencial libre (este potencial es el que cualquier material, introducido en un electrolito, adquiere de forma espontánea, y puede variar con el tiempo; por ello se precisa un cierto tiempo de estabilización). Después fijamos nuestro margen de ± 300 mV para realizar el barrido, ajustamos el resto de parámetros y seguimos los pasos descritos en el Anexo 1a, y tras 20 minutos, dependiente de la velocidad de barrido seleccionada, tendremos nuestra gráfica de potencial frente a intensidad (o densidad de corriente). Una vez realizado el ensayo, y a partir de la gráfica obtenida, transformamos el eje de intensidad (o densidad de corriente) de lineal a logarítmico (Imagen 3.9), y aplicamos el método de la extrapolación de Tafel con el propio programa VoltaMaster 1 del equipo para obtener la velocidad instantánea de corrosión en mm (pérdida de espesor)/año, así como otros parámetros (Pendientes de Tafel, y Resistencia de Polarización), Imagen 3.10.

Repetimos el ensayo varias veces con la misma probeta, y con cada material, para obtener un valor promedio, pero antes de realizar el siguiente ensayo es necesario lijar la superficie de la muestra para tener una superficie uniforme y eliminar posibles óxidos formados durante el ensayo anterior; hay que recordar que este ensayo es de tipo destructivo. De igual forma será necesario limpiar los electrodos y sustituir la disolución usada por otra nueva.

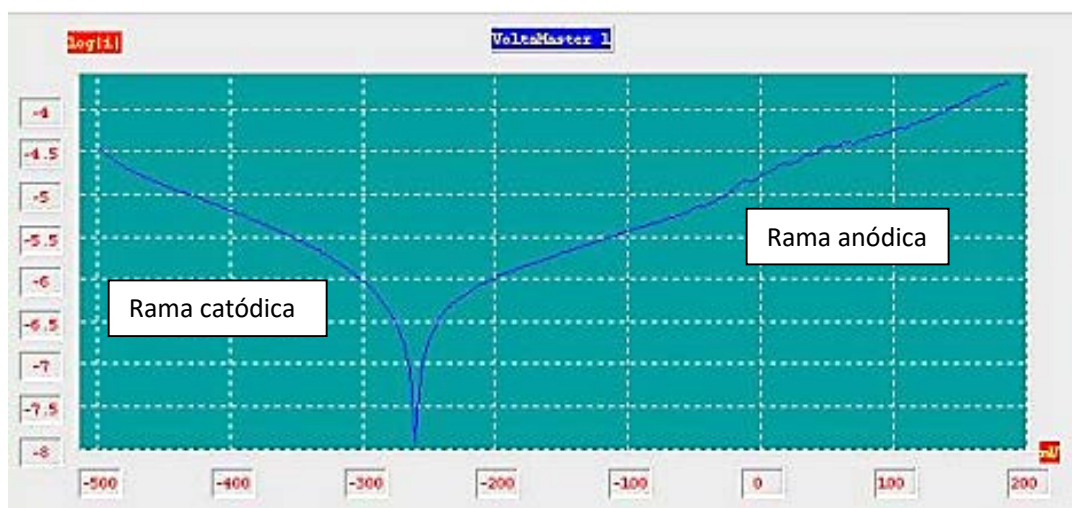


Imagen 3.9

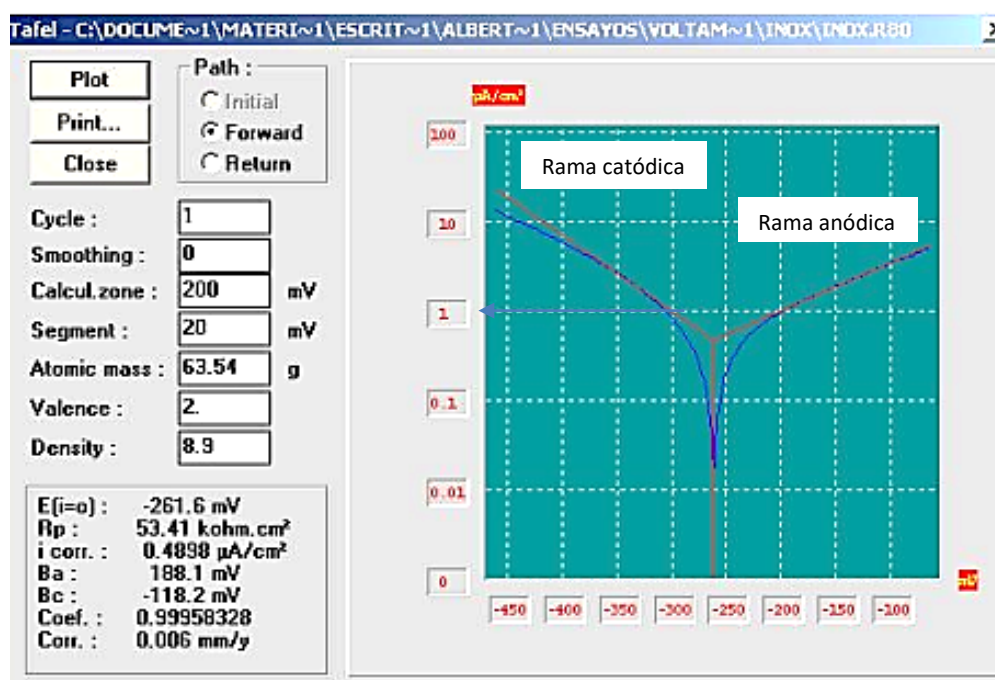


Imagen 3.10

Como hemos comentado en el capítulo 1, la extrapolación de Tafel que ejecuta el programa está realizada y optimizada con los parámetros mostrados en la pantalla de resultados del programa VoltaMaster 1. En el caso de la Imagen 3.10, el corte de las linealizaciones de las ramas anódica y catódica está ajustado al potencial de corrosión. Los resultados del ensayo que nos vuelca la máquina, además de la velocidad de corrosión de 0,006 mm/año, son el potencial de corrosión (-261,6 mV), la resistencia de polarización R_p (53,41 $k\Omega \times cm^2$), la densidad de corriente de corrosión (0,49 $\mu A/cm^2$,

que con los datos de valencia, densidad y peso atómico promedio que hemos introducido se calcula la pérdida de espesor por año), y las pendientes de las linealizaciones b_a (188,2 mV) y b_c (-118,2 mV). Los cálculos han necesitado, como se ha dicho, que se introduzca la masa (peso) atómica, la valencia o grado de oxidación, y la densidad.

Con los datos obtenidos del programa, y aplicando la ecuación de la velocidad de corrosión por medio de la resistencia de polarización, que la determina el programa:

$$i_{corr} = \frac{b_a \cdot b_c}{2,303 \cdot (b_a + b_c)} \cdot \frac{1}{R_p}$$

podemos calcular la densidad de corriente de corrosión, que resulta:

$$i_{corr} = \frac{0,1882 \cdot 0,1182}{2,303 \cdot (0,1882 + 0,1182)} \cdot \frac{1}{53,41 \cdot 10^3} \cdot 10^6 \approx 0,59 \mu A/cm^2$$

La velocidad de corrosión, en mm de pérdida de espesor por año, será:

$$\Delta e = \frac{0,59 \cdot 10^{-6} \cdot (365 \cdot 24 \cdot 3600) \cdot 63,54}{96500 \cdot 2 \cdot 8,9} \approx 0,0007 \frac{cm}{año} = 0,007 mm/año$$

Aunque hay diferencias de la resistencia de polarización con respecto a la extrapolación de Tafel (0.49 frente a 0.59 en densidad de corriente de corrosión, y 0.006 frente a 0.007 en pérdida de espesor por año), los valores son muy próximos. Ambos métodos, en este caso de ejemplo de una de nuestras muestras ensayadas, arrojan resultados muy similares.

El concepto más complicado en dar validez a la Extrapolación de Tafel mediante el programa VoltaMaster 1 está, aparte de la razonable exactitud de los datos de densidad, peso atómico promedio y valencia de oxidación de los metales ensayados, en los valores que podemos establecer y cambiar en la gráfica de resultados, modificándose estos consecuentemente: **Segment (mV)** y **Calcul. Zone (mV)**.

En las Imágenes 3.11 y 3.12 se muestran dos Extrapolaciones de Tafel en un mismo ensayo de polarización. Como se puede ver en la Imagen 3.11, la primera de las extrapolaciones de Tafel es incorrecta, mostrándose un Coeficiente de ajuste de 0,9104, y podemos observar que no hay zonas lineales que sean ajustadas por las pendientes de Tafel indicadas en ninguno de los ramales. anódico y catódico. El valor introducido en **Calcul. Zone** fue de 70 mV, y el de **Segment** de 60 mV.

Sin embargo, modificando los valores de **Calcul. Zone** a 30 mV y de **Segment** a 19 mV el Coeficiente mejora, 0,9718, y el aspecto gráfico de la extrapolación de Tafel también. Por tanto, en los trabajos con el programa VoltaMaster 1 y en los ensayos de Polarización para la determinación de

la velocidad de corrosión mediante la extrapolación de Tafel hay que buscar la mejor combinación de valores que tenemos que introducir, si es necesario, en **Calcul. Zone** y **Segment**, que nos de el máximo valor del Coeficiente de ajuste.

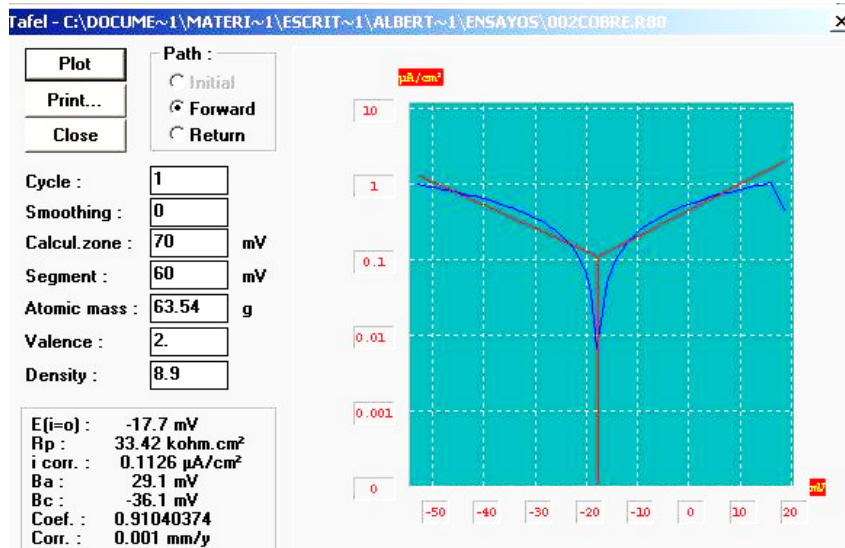


Imagen 3.11

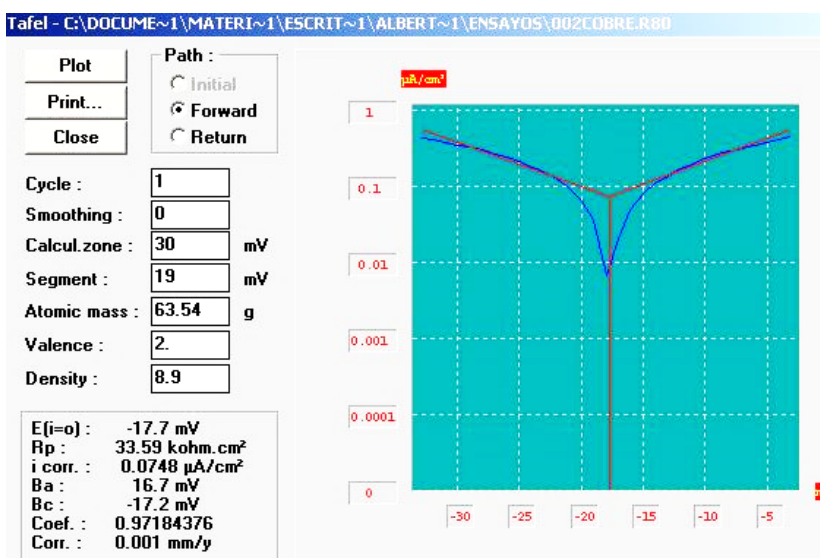


Imagen 3.12

Todos los ensayos de “Pitting corrosion” con los resultados obtenidos con el programa VoltaMaster 1 se muestran en el Anexo 3. También en dicho Anexo 3 se muestran los resultados de las medidas obtenidas manualmente con los datos suministrados por el programa.

3.5 Realización del ensayo de “Voltammetry $i=f(E)$ ”

El ensayo de Polarización cíclica (Voltametría cíclica) es similar al de “Pitting corrosion”, en cuanto a que se realiza un barrido de potenciales y se mide la intensidad (que se transforma a densidad de corriente) que circula. La diferencia con el anterior reside en que el barrido se realiza en los dos sentidos, primero del mínimo potencial al máximo, y una vez llega al máximo marcado se realiza el barrido en el sentido inverso. Al representar gráficamente la intensidad (o densidad de corriente) frente al potencial se observa que los 2 barridos no siguen el mismo trazado, Imagen 3.13 en escalas lineales e Imagen 3.14 en escala semilogarítmica. Este tipo de técnica, como ya hemos comentado, es muy útil realizarla en materiales pasivables o en estado pasivo, para al comparar el camino anódico con el catódico, y de las diferencias entre ambos, obtener el potencial de picadura (o de ruptura) y el potencial de repasivación en su caso.

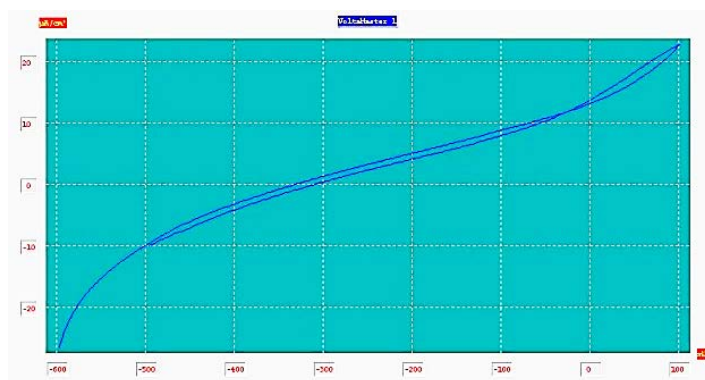


Imagen 3.11

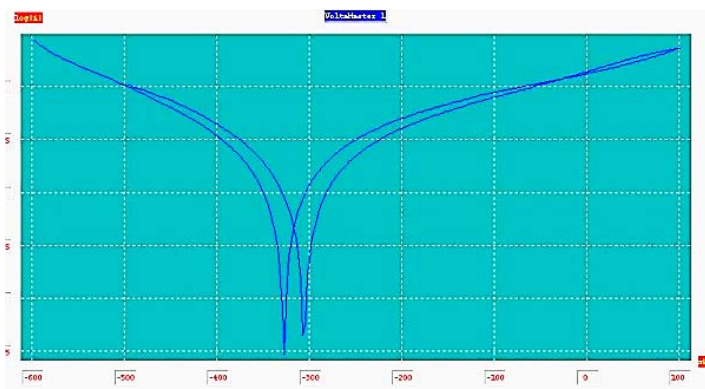


Imagen 3.12

En el caso mostrado, la polarización cíclica no altera básicamente el comportamiento del metal, ya que la velocidad de corrosión es prácticamente la misma antes y después del barrido contrario, aunque el potencial de corrosión cambie ligeramente. Observamos que las curvas de polarización anódica y catódica, en este caso, convergen en ambos ciclos. Como el primer ciclo es idéntico al del ensayo de “Pitting corrosion”, este ensayo se puede usar también para determinar la velocidad de corrosión utilizando el método de la extrapolación de Tafel. Sin embargo, nuestro software de análisis no lo realiza automáticamente, pues tiene dos puntos posibles donde calcularlo y no sabe cuál escoger. Sin embargo, sí es posible realizarlo a mano.

En el Anexo 1b se tiene la Guía Rápida de Usuario para este ensayo, con todos los comentarios necesarios para ejecutarlo de forma satisfactoria. En esa guía se comentan las dificultades con las que nos encontramos en el desarrollo de los ensayos y cómo las solucionamos.

3.6 Resultados de la extrapolación de Tafel

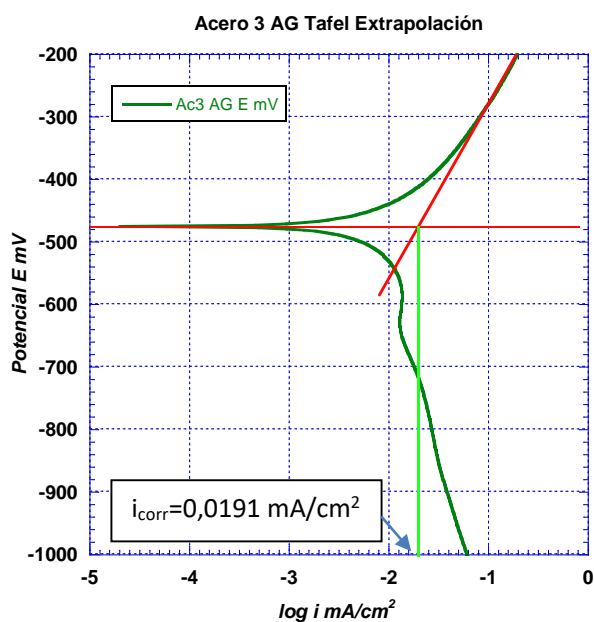
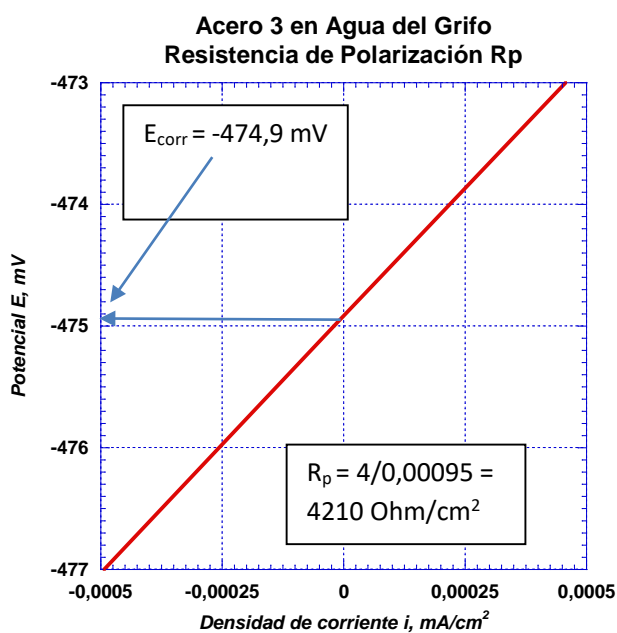
Los distintos ensayos realizados, mediante la extrapolación de Tafel, en el equipo VoltaLab y el programa VoltaMaster 1, se muestran en la Tabla 3.3. Los resultados completos se encuentran en el Anexo 3 (gráficas experimentales para cada material).

Codigo	material	disolucion	Velocidad de la corrosion (mm/y)	Ba (mV)	Bc (mV)	Icorr (uA/cm2)	E (mV)	Rp (Kohm*cm2)
2.26-6.1	Acero	agua del grifo	0,201	266,27	-720,73	17,433333	-561,2	4,63
1.13.1	Aluminio	agua del grifo	0,049	704,27	-308,17	4,310000	-799,9	17,62
4.29.1	cobre	agua del grifo	0,001	22,90	-26,65	0,093700	-17,7	33,51
6.29.3	cobre laminado	agua del grifo	0,005	98,43	-94,03	0,433333	-43,9	39,23
5.29.2	cobre recocido	agua del grifo	0,017	66,33	-106,90	0,460000	-13,3	27,49
3.29-30.1	laton	agua del grifo	0,009	73,60	-191,63	0,700000	-87,4	14,72
S601	super aleacion	agua salada	0,008	797,90	-311,25	5,685000	-343,5	18,21
S617 SM	super aleacion	agua salada	0,005	399,80	-151,90	1,720000	-290,3	131,48
S617 OH	super aleacion	agua salada	0,005	192,00	-142,30	0,200000	-291,6	199,26
S625	super aleacion	agua salada	0,002	96,10	-119,70	3,420000	-134,7	5,03

Tabla 3.3

Los ficheros de datos del programa VoltaMaster 1 los tratamos manualmente, representando las curvas de polarización de cada material, haciendo las extrapolaciones de Tafel bajo nuestro mejor criterio, Imagen 3.13, y calculando las densidades de corriente de corrosión. En algún caso, no observamos zonas rectas en las líneas de polarización, por lo que no calculamos la densidad de corriente de corrosión.

Representando en escala doble lineal el potencial frente a la densidad de corriente, y ampliando la zona alrededor de la intensidad cero, se obtienen gráficas que nos permiten calcular la Resistencia de Polarización (R_p) y el Potencial de Corrosión (E_{corr}), Imagen 3.14.

**Imagen 3.13**

Los resultados obtenidos con el programa VoltaMaster 1 los mostramos en la Tabla 3.4, y los procesados manualmente, en la Tabla 3.5. La comparación muestra valores prácticamente idénticos en el potencial de corrosión y en la resistencia de polarización, lo cual es perfectamente lógico, porque el procedimiento de cálculo es completamente objetivo. Las mayores diferencias, en bastantes casos, provienen del cálculo de la densidad de corriente de corrosión, que está expuesta a criterios de extrapolación con cierta subjetividad, y que cuando las gráficas son más claras, los

resultados son muy similares (especialmente, caso del acero). No obstante, en la mayoría de los resultados, los valores comparados están dentro del mismo orden de magnitud.

material	disolucion	Icorr (uA/cm2)	E (mV)	Rp (Kohm*cm2)
Acero	agua del grifo	17,20	-561,3	4,48
Aluminio	agua del grifo	2,50	-798,3	17,70
cobre	agua del grifo	no medida	-49,7	33,51
cobre laminado	agua del grifo	1,07	-43,7	54,10
cobre recocido	agua del grifo	1,23	-13,7	37,40
laton	agua del grifo	1,50	-87,7	14,90
super aleacion	agua salada	3,23	-343,0	13,50
super aleacion	agua salada	0,22	-290,5	145,50
super aleacion	agua salada	0,31	-291,4	233,30
super aleacion	agua salada	7,60	-134,7	5,11

Tabla 3.4

material	disolucion	Icorr (uA/cm2)	E (mV)	Rp (Kohm*cm2)
Acero	agua del grifo	17,43	-561,2	4,63
Aluminio	agua del grifo	4,31	-799,9	17,62
cobre	agua del grifo	0,09	-17,7	33,51
cobre laminado	agua del grifo	0,43	-43,9	39,23
cobre recocido	agua del grifo	0,46	-13,3	27,49
laton	agua del grifo	0,70	-87,4	14,72
super aleacion	agua salada	5,69	-343,5	18,21
super aleacion	agua salada	1,72	-290,3	131,48
super aleacion	agua salada	0,20	-291,6	199,26
super aleacion	agua salada	3,42	-134,7	5,03

Tabla 3.5

3.7 Resultados de la Polarización Cíclica

Los resultados de las pruebas de polarización cíclica son muy útiles en las aleaciones pasivables, como es el caso del acero inoxidable y de las superaleaciones. En las gráficas, que se muestran en el Anexo 3, es posible ver los potenciales de ruptura de la capa de pasivación en los casos en los que ocurre con el consiguiente aumento, si no hay repasivación, de la velocidad de corrosión. Cuando no hay ruptura de la capa, ésta crece en espesor disminuyendo de forma apreciable la velocidad de corrosión. En el Anexo 3 mostramos los comentarios que creemos razonables con las gráficas para cada uno de los materiales ensayados.

Capítulo 4: Conclusiones y Recomendaciones

4.1 Conclusiones

1. Con la realización de este trabajo no se pretendía descubrir ningún valor de velocidad de corrosión u otro comportamiento de los diferentes materiales, sino comprobar que los datos obtenidos estaban correctamente calculados.
2. Por un lado, se corroboró que los valores de velocidad de corrosión que obtuvimos eran razonables, ya que coincidían o se aproximaban a los esperados.
3. Los valores obtenidos de forma automática con el programa VoltaMaster 1, en cuanto a velocidad de corrosión (densidad de corriente de corrosión), resistencia de polarización y potencial de corrosión, son similares a los que calculamos manualmente.
4. Otro de los aspectos que se quiso comprobar fue que existía repetitividad en los ensayos, sin profundizar mucho, viendo que diferentes ensayos repetidos con un mismo material nos daban como resultado valores similares. Para esto comenzamos por realizar los ensayos de Pitting corrosion con la probeta del acero, que comprobamos que sí existía repetitividad en los valores obtenidos, salvo en las pruebas iniciales, que mostraron una gran variabilidad de los resultados.
5. El valor discordante en la 3ª medición del acero fue debido a la gran influencia de la posición de la probeta dentro de la celda electroquímica. Una vez nos dimos cuenta de la importancia de la posición, se prestó especial cuidado en que, después de lijar la probeta entre ensayos y cambiar el electrolito, los electrodos se encontrasen en una posición lo más similar posible a la del ensayo anterior. Y atendiendo a esta medida se vio en los ensayos posteriores una gran repetitividad.
6. Las curvas de polarización cíclica son muy útiles para los materiales que forman capas de pasivación, y utilizando medios de la suficiente agresividad (solución salina en nuestro caso).
7. La realización de los distintos experimentos nos ha permitido escribir una guía rápida de uso del programa para los ensayos de Polarización cíclica y de Extrapolación de Tafel.

4.2 Recomendaciones

1. Para observar mejor las diferencias en cuanto a velocidad de corrosión de los diferentes materiales, sería recomendable realizar los ensayos en medios más agresivos (disoluciones de ácido clorhídrico o de ácido sulfúrico, por ejemplo), para que las diferencias fueran más evidentes.
2. Por ejemplo, en las superaleaciones, los valores obtenidos en agua salada son bastante similares para los 4 casos; se podría decir que tienen la misma velocidad de corrosión, pero esto únicamente es cierto con esta disolución, en la cual la velocidad de corrosión es casi nula. En realidad, en medios más agresivos se observaría la diferencia a simple vista. Cuando se realizó una prueba de ataque químico muy agresivo con el reactivo de ataque metalográfico [14,15] en las 4 probetas a la vez, se pudo observar el diferente grado de corrosión de las distintas superaleaciones.
3. También nos parece importante reseñar que, así como el dispositivo funciona correctamente, a lo largo de la fase de experimentación hemos detectado importantes limitaciones, casi todas derivadas de la antigüedad, no tanto del equipo como del programa (VoltaMaster 1) de control. Se sabe, por consulta en Internet, que existe la versión VoltaMaster 4, que no se ha podido adquirir, y que indudablemente sería de gran interés para este equipo y para los ensayos de corrosión que permite realizar.
4. La más visible es que tanto el software del que se dispone (VoltaMaster 1) como el potenciostato (VoltaLab) únicamente funcionan con el sistema operativo Windows XP. Se intentó solventar esta limitación creando una máquina virtual desde otro equipo con Windows 7, pero sólo se consiguió hacer funcionar el software, sin poder establecer comunicación con el potenciostato.
5. Además, el software del que se dispone es la versión inicial, y da lugar a fallos tras los cuales el programa se cierra súbitamente, sin quedar nada claro cuál es la causa del fallo. Se presupone que, en las versiones posteriores, sin duda los desarrolladores habrán sido capaces de filtrar y solucionar estos problemas.
6. Otra limitación, esta de menor importancia ya que fuimos capaces de solventarla, es la no compatibilidad de las conexiones de los electrodos con los puertos del potenciostato. Esta dificultad se resolvió creando un adaptador con dos tipos de cables del laboratorio. Si se opta por trabajar más tiempo con este aparato sería aconsejable pensar en buscar un adaptador real para facilitar el montaje.
7. Por último, se podría decir que, si se desean realizar ensayos de este tipo más precisos, nuestro montaje experimental “casero” no sería aconsejable. Para obtener mayor precisión se necesitaría una cuba electrolítica donde las posiciones de los electrodos fueran fijas e inmóviles, y sus distancias entre sí, mínimas.

Referencias

- [1]. D.A. Jones. 2001. *Principles and Prevention of Corrosion*. Pearson Education, 2nd Ed.
- [2]. B.N. Popov. 2015. *Corrosion Engineering. Principles and Solved Problems*. Elsevier, 1st Ed.
- [3]. R. Baboian (Ed.). 2005. *Corrosion Tests and Standards. Application and Interpretation*. ASM International, 2ndEd.
- [4]. J.A. Puértolas, R. Ríos, M. Castro (Eds.). 2016. *Tecnología de los Materiales en Ingeniería [Vol.2]*. Ed. Síntesis.
- [5]. J. Tafel. Z. Physik. Chem. 50. 1905.
- [6]. C. Wagner y W.E. Traud. Z. Concerning the Evaluation of Corrosion Reactions and Concerning the Potential Formation on Mixes Electrodes. Elektrochem. Angew. Phys. Chem. 44. 1938.
- [7]. T. A. Zawodzinski. 2009. *Polarization Curves Desmystified*. Interface (The Electrochemical Society), Spring 2009.
- [8]. M. Stern and A. L. Geary. 1957. *Electrochemical Polarization*. Journal of the Electrochemical Society. January 1957.
- [9]. J.A. González, J. Albéniz y S. Feliú. 1996. *Valores de la Constante B del Método de Resistencia de Polarización para Veinte Sistemas Metal-Medio Diferentes*. Revista de Metalurgia, 32 (1).
- [10]. Pine Research Instrumentation. (2016). *Linear Polarization Resistance and Corrosion Rate. Theory and Background*. Document #: DRA 10086 (REV002 / APR 2016).
- [11]. Galia Esther Pérez Mayta. 2010. *Caracterización de la Susceptibilidad a la Corrosión en Bronces de Aluminio al Níquel*. Tesis Doctoral de la Universidad de Zaragoza.
- [12]. E. McCafferty. 2005. *Validation of Corrosion Rates Measured by the Tafel Extrapolation Method*. Corrosion Science 47.
- [13]. <https://www.aboutcorrosion.com/2014/04/13/howto-determine-pitting-and-repassivation-potentials/>.
- [14]. G.F. Vander Voort. 2003. *Metallography of Superalloys*. www.industrialheating.com. October 2003. Buehler Ltd, Lake Bluff.
- [15]. G.F. Vander Voort, E.P. Malinkova, G.M. Lucas. *Metallographic Techniques for Superalloys*. Buehler Ltd, Lake Bluff.

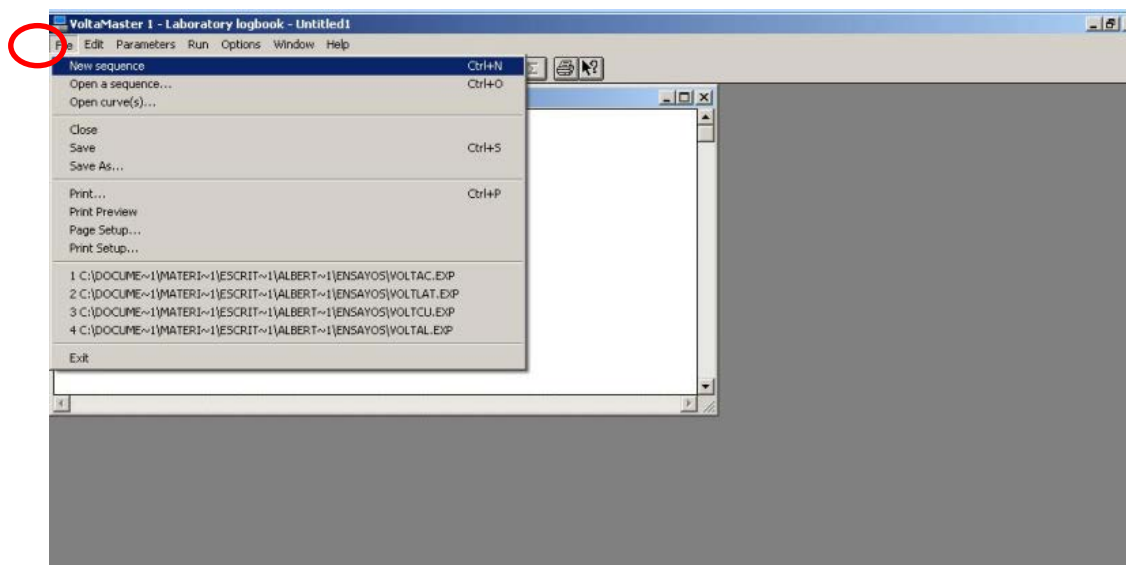
Anexo 1a: Guía Rápida de Usuario

Ensayo de “Pitting Corrosion”

Como realizar paso a paso un ensayo de “Pitting corrosion”

NOTA IMPORTANTE Antes de comenzar deberemos tener preparadas nuestras probetas, así como preparado todo el montaje experimental.

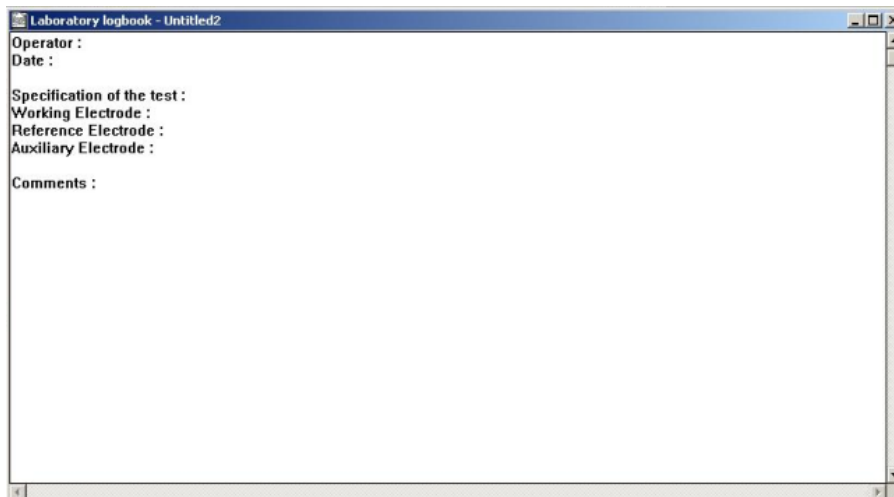
Lo primero será abrir el programa Voltamaster, y una vez abierto, nos dirigiremos a la pestaña “file” y seleccionaremos “New sequence”, Captura 1.



Captura 1

Se nos abrirá a continuación una ventana donde introduciremos los datos de nuestro experimento; nos pedirá diferentes datos (Captura 2): operador, fecha, especificación del ensayo, electrodos empleados (trabajo, referencia y contraelectrodo), así como cualquier comentario

adicional. Esta información es exclusivamente para nosotros pues el programa no trabaja con ella, únicamente es la información que etiquetara a nuestro experimento a fin de poderlo localizar. Es obligatorio crear una secuencia, aunque no se rellene. Si no se crea, no nos dejará el programa seguir al siguiente paso.



Captura 2

A continuación iremos a **"Parameters"** y seleccionaremos **"Initial data"**, Captura 3.

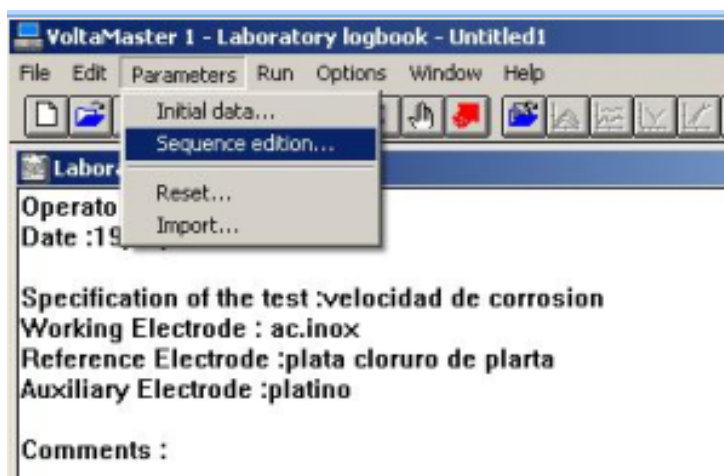


Captura 3

En esta ficha, Captura 4, introduciremos, aparte de alguna información de interés sobre el ensayo, los datos de las áreas expuestas al electrolito de nuestros electrodos. El electrodo auxiliar o contraelectrodo, en nuestro caso es de Platino, suele tener un área de 1cm², pero deberemos asegurarnos midiéndolo cuidadosamente. Y el área expuesta del electrodo de trabajo dependerá su de cómo se haya fabricado. Tras ello, se presiona la tecla **"OK"**.

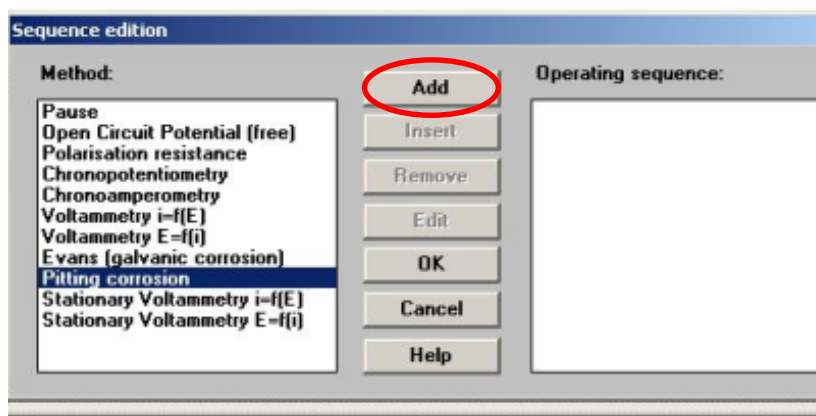
Captura 4

A continuación presionamos otra vez en la pestaña de **“Parameters”** y ahora entraremos en **“Sequence edition”**, Captura 5. Aquí es donde seleccionaremos el tipo de ensayo, o secuencia de ensayos, que queremos realizar.



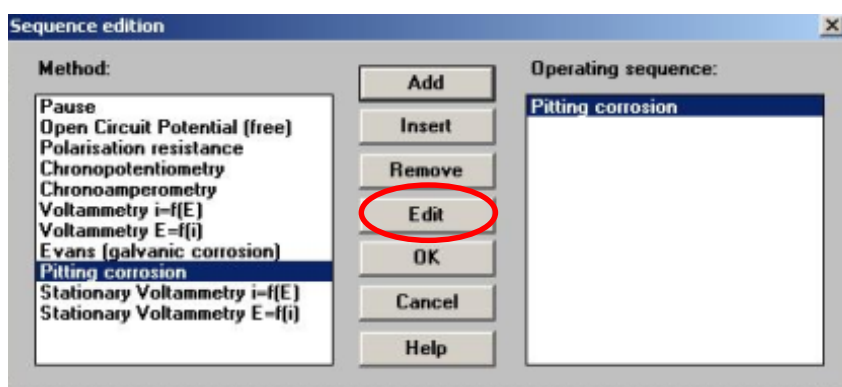
Captura 5

En la Captura 6, y en el cuadro izquierdo, se muestran los posibles ensayos que podemos seleccionar con este equipo; el primero de ellos, **“Pause”** no es realmente un ensayo, sino un comando de espera dentro de una secuencia.



Captura 6

En este caso seleccionaremos “**Pitting corrosion**” del cuadro de “**Method**” (método) y presionaremos “**Add**” (añadir), Captura 7.

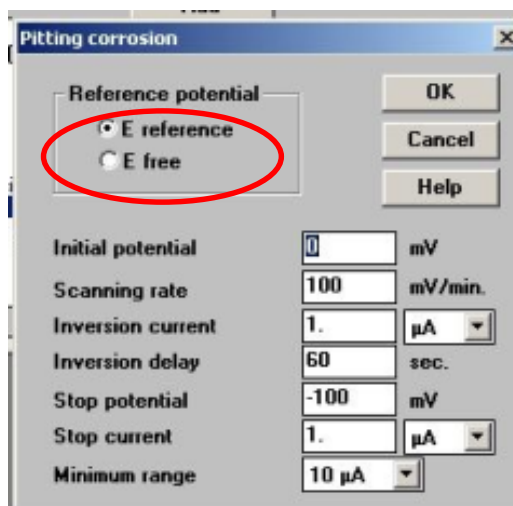


Captura 7

Una vez añadido aparecerá en el cuadro de “**Operating sequence**” (secuencia operacional); lo seleccionaremos y apretaremos en la opción “**Edit**”, Captura 8. Se podría decir que hasta ahora, este es el paso más crítico con el que nos vamos a encontrar. Ahora debemos introducir los datos del tipo de ensayo elegido a realizar.

Las dos primeras opciones “**E reference**” o “**E free**” (potencial de referencia o potencial libre) nos indican desde qué punto se tomará el intervalo de potencial del ensayo.

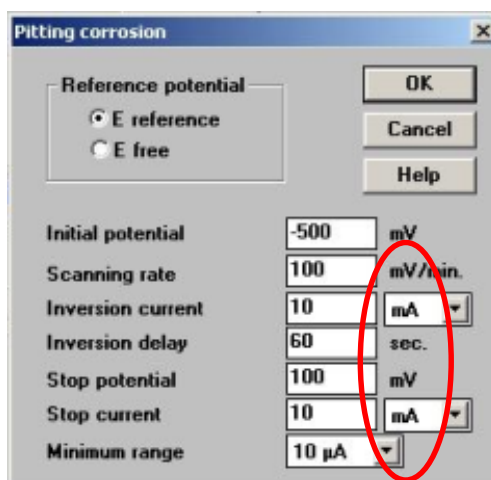
Si marcamos “**E reference**” (potencial de referencia) se realizará un barrido de potencial desde el valor que introducimos en “**Initial potencial**” (potencial inicial) hasta el valor de “**Stop potencial**” (potencial final o de parada); siempre debe de ser menor el valor inicial que el final; si no es así, se puede producir un error al ejecutar el programa y que éste se cierre súbitamente.



Captura 8

En cambio, si señalamos la opción “**E free**” (potencial libre), se realizará un barrido desde el potencial libre en ese instante menos el valor de “**Initial potencial**” (potencial inicial), hasta el valor de “**E free**” (potencial libre) más lo que introduzcamos en “**Stop potencial**” (potencial final o de parada). Para realizar estos ensayos se recomienda realizar un barrido de ± 300 mV en torno al “**E free**” (potencial libre), por lo que esta opción se vería como la adecuada, pero tiene una dificultad importante. Si vamos a repetir el experimento varias veces, las condiciones iniciales y finales de potencial deben de ser las mismas. Para ello, al repetir la probeta, el potencial libre debería ser el mismo en todos los casos, pero esto no siempre sucede.

Por eso es mejor, en nuestra opinión, elegir la opción de “**E reference**”, y seremos nosotros, manualmente, los que iniciaremos el experimento cuando el potencial libre se estabilice o pase por el valor que teníamos en el ensayo anterior, Captura 9.



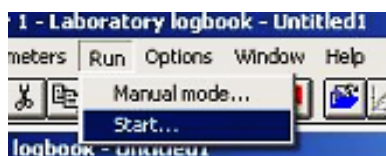
Captura 9

Una vez que hemos colocado nuestros potenciales inicial y final, tenemos a continuación que elegir la **“Scanning rate”** (velocidad de escaneo o de barrido), que serán los mV/min que se realicen de barrido. A mayor velocidad, menos tiempo tardará el ensayo en finalizar, pero también menor precisión tendrá. Habrá que decidir qué tasa nos aporta la suficiente precisión, sin alargar excesivamente el experimento.

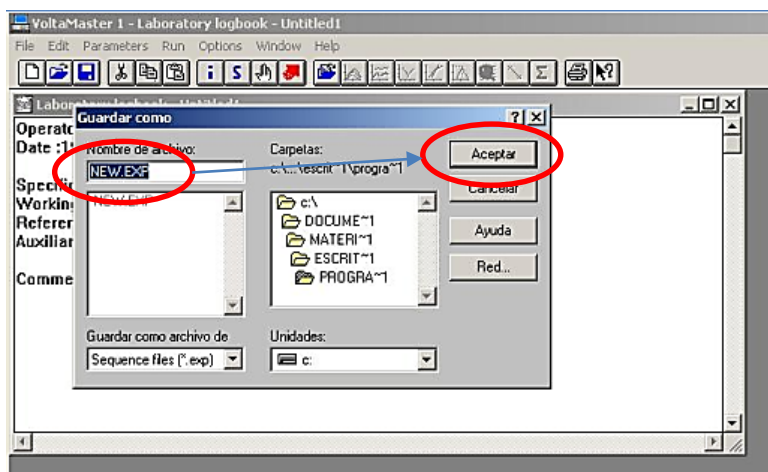
Los parámetros de **“Inversion current”** y **“Stop current”** fijarán los límites de corriente dentro de los cuales, por seguridad, se desea realizar el experimento. Inicialmente están seleccionados los microamperios, pero se necesita normalmente mayor margen para poder realizar los experimentos, Captura 9. Este margen de corriente deberá ser lo más estrecho posible por seguridad, pero lo suficientemente amplio para poder realizar el experimento. Y será diferente para cada material que se utilice.

“Inversion delay” (retraso de la inversión) lo dejaremos en 60 segundos; éste será el tiempo que la máquina se mantenga a potencial constante una vez alcance el punto de interés, para una vez transcurrido ese tiempo continuar con el barrido. Y, por último, la resolución del ensayo la fijaremos con la pestaña **“Minimun range”**, y los 10 microamperios que el programa tiene por defecto suele ser suficiente.

Una vez rellenas todas las casillas, presionamos **“OK”**. Iremos a la pestaña **“Run”** (correr el programa) y haremos clic en **“Start”** (empezar), Captura 10, se nos abre una ventana, Captura 11, en la que tenemos que decir el fichero en el que guardaremos los datos y dónde lo instalamos. Una vez terminada esta acción presionamos **“Aceptar”**, y el ensayo comienza inmediatamente.



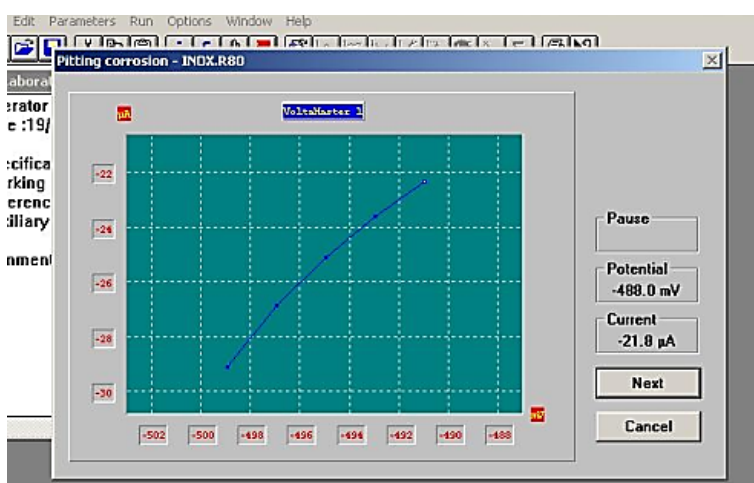
Captura 10



Captura 11

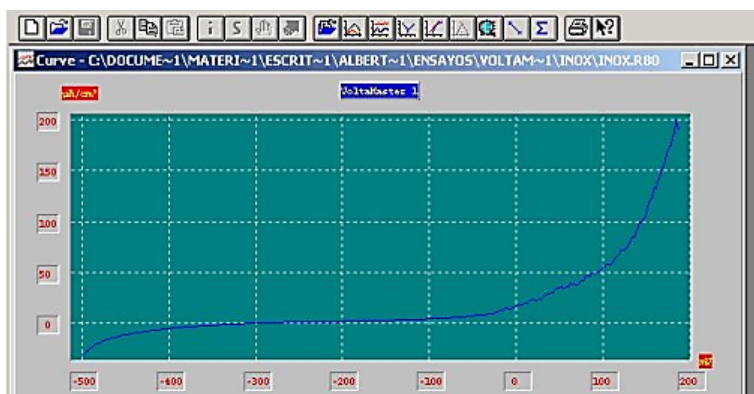
NOTA IMPORTANTE Conviene que nosotros iniciemos el experimento cuando el potencial libre, que nos lo marca el aparato Voltalab, sea similar al del ensayo anterior con la misma probeta.

La Captura 12 muestra la pantalla del ensayo en ejecución en su etapa inicial. Una vez iniciado no tenemos que hacer nada más que dejar que la máquina realice el barrido y la toma de datos. Como es lógico, es muy importante no tocar ni mover el montaje experimental mientras se está realizando el ensayo. En el diagrama se va mostrando en tiempo real la evolución de la intensidad (eje y) frente a la evolución del potencial impuesto (en mV), y los valores numéricos se muestran en el lateral derecho de la gráfica, Captura 12.



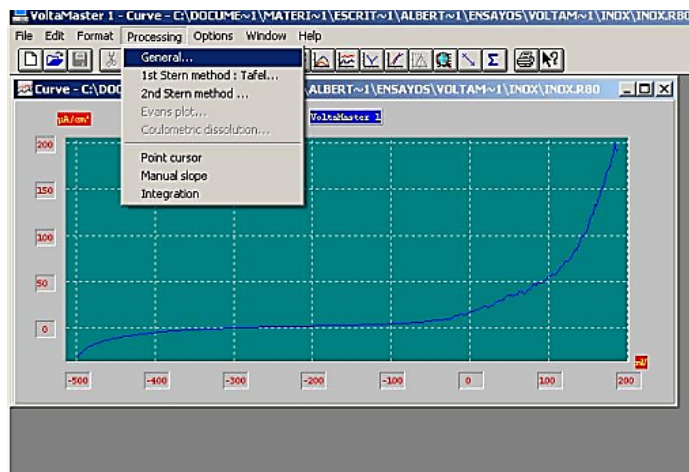
Captura 11

El programa irá ajustando la escala de la gráfica a medida que avance el barrido. Al acabar, se nos abrirá una ventana con la gráfica definitiva, Captura 13, en escala doble lineal. Ahora será el momento de analizar los datos obtenidos, e iremos al menú **“Processing”** (procesamiento).

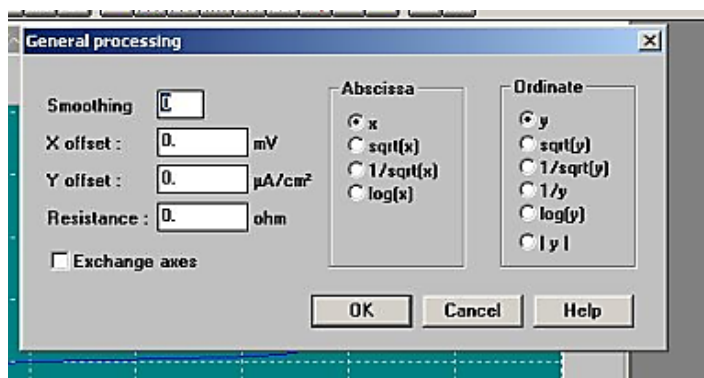


Captura 12

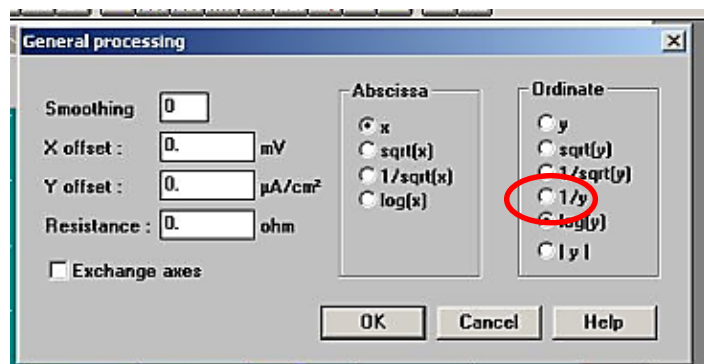
Entraremos en la opción “**General**” (general), Captura 14, y nos sale el cuadro de la Captura 15; y lo primero que haremos será pasar a escala logarítmica el eje de intensidad (o de densidad de corriente). Y para ello seleccionaremos la opción del logaritmo, “**log(y)**”, y presionamos “**OK**”, Captura 16, y se nos mostrará el diagrama y escala semilogarítmica, Captura 17. Así nos quedara la gráfica, y ya estaremos listos para aplicar la extrapolación de Tafel, siguiente paso de nuestra programación.



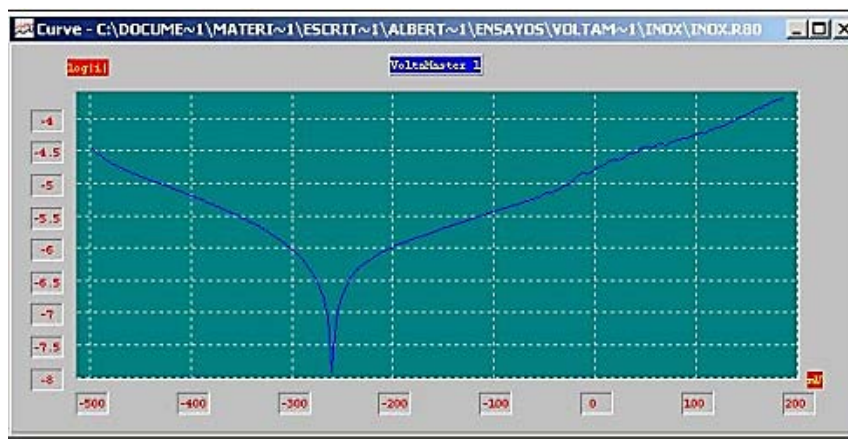
Captura 13



Captura 14



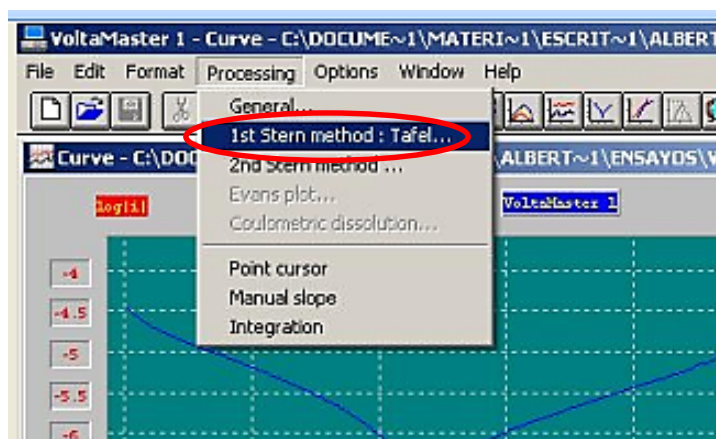
Captura 15



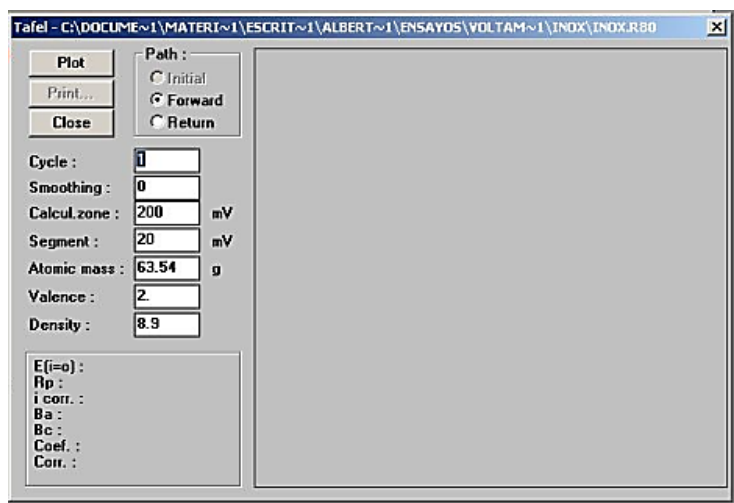
Captura 16

NOTA IMPORTANTE La opción “**Exchange axes**” (intercambio de ejes) cambia los ejes x e y para visualizar la gráfica de la manera más convencional. Pero si deseamos usar la opción de extrapolación de Tafel del propio programa, debemos dejarlo sin cambiar, pues de lo contrario nos saldrá un error y se cerrará súbitamente el programa.

Iremos al menú de “**Processing**” (procesamiento) y seleccionaremos la opción “**1st Stern method: Tafel**” (primer método de Stern: Tafel), Captura 18. Se nos abre la pantalla mostrada en la Captura 19. El programa nos pedirá diferentes datos relativos al material del electrodo de trabajo, como la masa atómica (“**Atomic mass**”), la valencia (“**Valence**”), y la densidad (“**Density**”). Podemos también introducir valores en “**Calcul. Zone**” y “**Segment**”, pero posteriormente hablaremos de estas dos casillas.

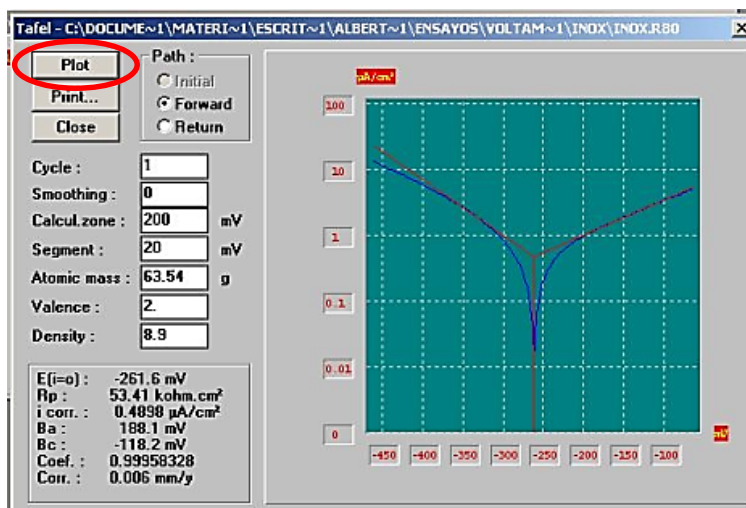


Captura 17



Captura 18

Una vez introducidos estos datos le daremos a “**Plot**” (graficar). Si tenemos suerte nos dará una extrapolación correcta, Captura 20, pero en ocasiones es necesario modificar los valores de las casillas “**Calcul. zone**” (zona de cálculo) y “**Segment**” (segmento) para obtener una buena extrapolación.

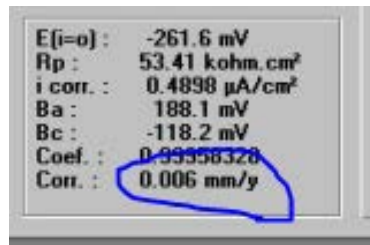


Captura 19

Veremos si la extrapolación es formalmente correcta fijándonos en si las rectas de Tafel son tangentes a las curvas anódica y catódica.

En el recuadro de la parte inferior de dicha página, Captura 21, tendremos los datos relevantes de la extrapolación. Entre ellos la velocidad de corrosión (“**Corr.**”), medida en mm/año. Otras medidas

obtenidas de la extrapolación son el Potencial de Corrosión, $E(i=0)$, la Resistencia de Polarización, R_p , la densidad de corriente de corrosión, i_{corr} , y los valores de las pendientes de las rectas de ajuste de Tafel, B_a y B_c .



Captura 20

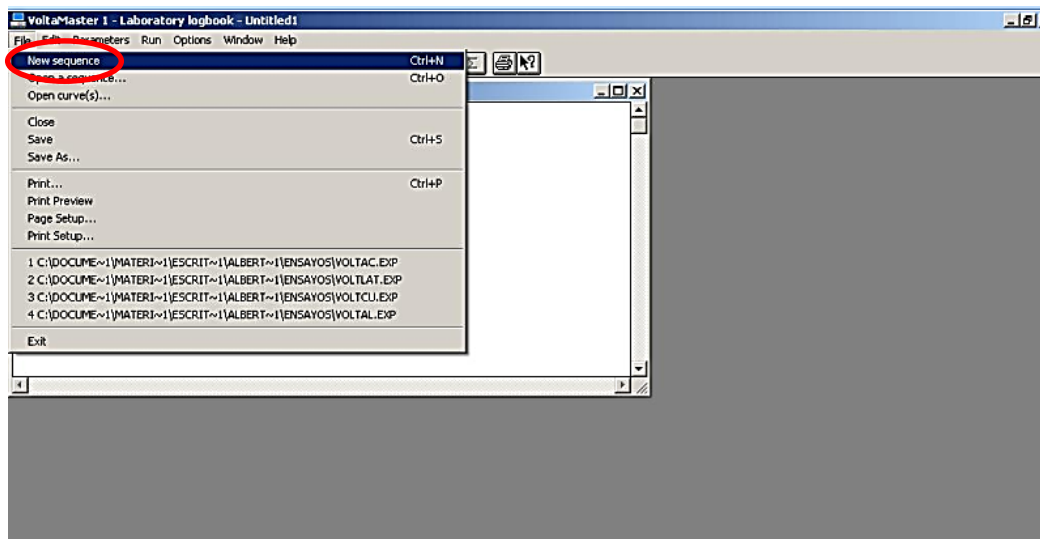
Anexo 1b: Guía Rápida de Usuario

Ensayo de “Voltammetry $i=f(E)$ ”

Como realizar paso a paso un ensayo de “Voltammetry $i=f(E)$ ”

NOTA IMPORTANTE Antes de comenzar deberemos tener preparadas nuestras probetas, así como preparado todo el montaje experimental.

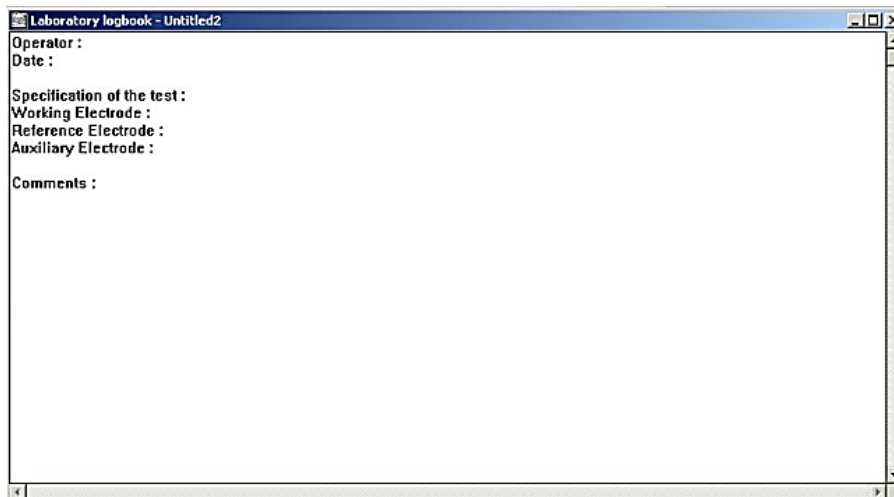
Lo primero será abrir el programa VoltaMaster 1, y una vez abierto, nos dirigiremos a la pestaña “file” y seleccionaremos “New sequence”, Captura 1.



Captura 21

Se nos abrirá a continuación una ventana donde introduciremos los datos de nuestro experimento; nos pedirá diferentes datos (Captura 2): operador, fecha, especificación del ensayo, electrodos empleados (trabajo, referencia y contraelectrodo), así como cualquier comentario

adicional. Esta información es exclusivamente para nosotros pues el programa no trabaja con ella, únicamente es la información que etiquetara a nuestro experimento a fin de poderlo localizar. Es obligatorio crear una secuencia, aunque no se rellene. Si no se crea, no nos dejará el programa seguir al siguiente paso.



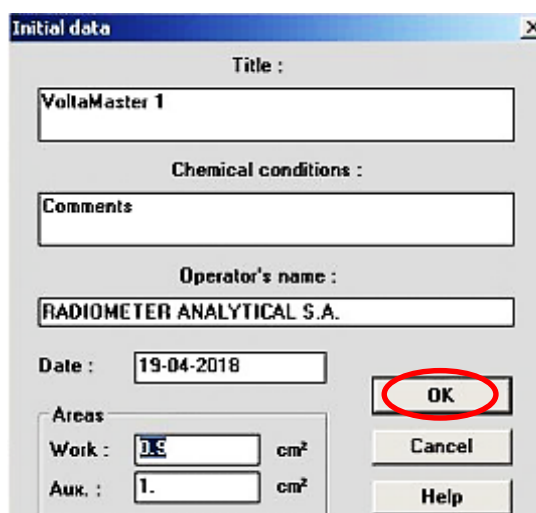
Captura 22

A continuación, iremos a **"Parameters"** y seleccionaremos **"Initial data"**, Captura 3.



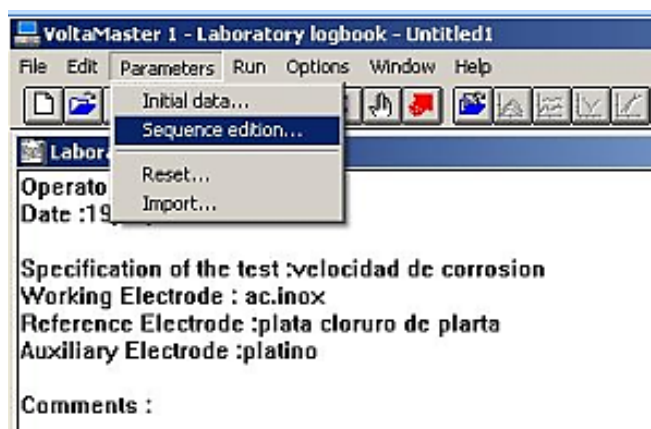
Captura 23

En esta ficha, Captura 4, introduciremos, aparte de alguna información de interés sobre el ensayo, los datos de las áreas expuestas al electrolito de nuestros electrodos. El electrodo auxiliar o contraelectrodo, en nuestro caso es de Platino, suele tener un área de 1cm², pero deberemos asegurarnos midiéndolo cuidadosamente. Y el área expuesta del electrodo de trabajo dependerá su de cómo se haya fabricado. Tras ello, se presiona la tecla **"OK"**.



Captura 24

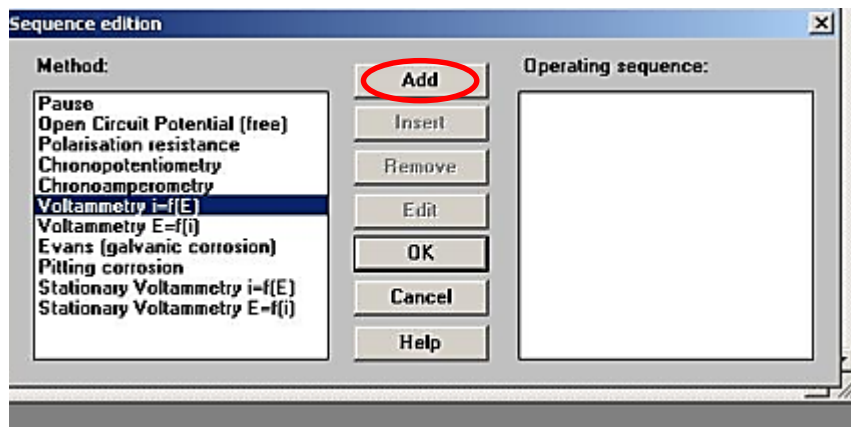
A continuación, presionamos otra vez en la pestaña de **“Parameters”** (parámetros) y ahora entraremos en **“Sequence edition”** (edición de la secuencia), Captura 5. Aquí es donde seleccionaremos el tipo de ensayo que queremos realizar.



Captura 25

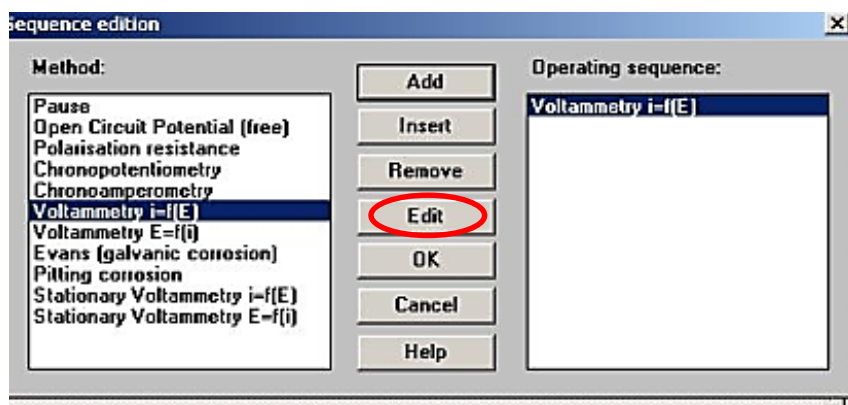
En la Captura 6, y en el cuadro izquierdo, se muestran los posibles ensayos que podemos seleccionar con este equipo; el primero de ellos, **“Pause”** (pausa) no es realmente un ensayo, sino un

comando de espera dentro de una secuencia. Aquí es donde seleccionaremos el tipo de ensayo que vamos a realizar, Cuadro 6.



Captura 6

Añadimos (“Add”) el ensayo de “**Voltammetry i=f(E)**” (voltametría $i=f(E)$) del cuadro “**Method**” (método) al cuadro “**Operating sequence**” (secuencia operativa). A continuación seleccionamos la voltametría que hemos pasado y presionamos la tecla “**Edit**”, Captura 7.



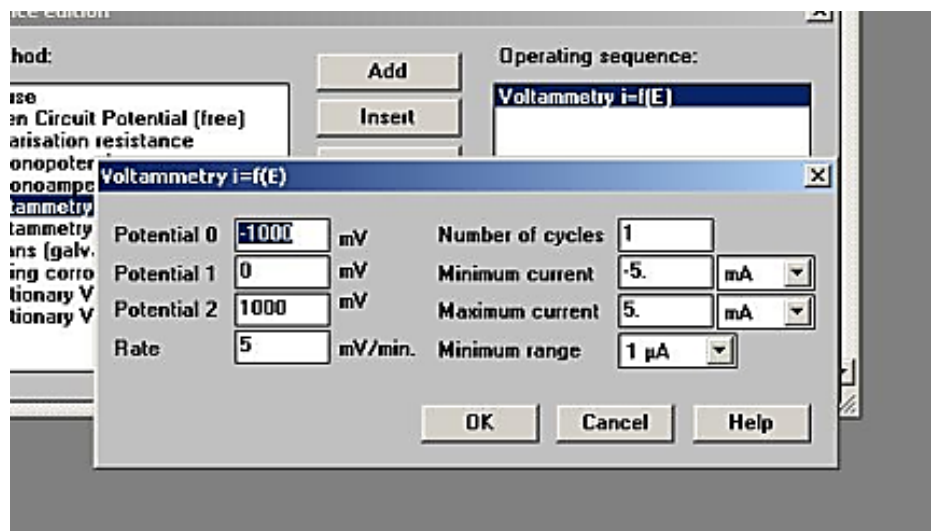
Captura 7

Nos aparece el cuadro en el que debemos añadir las condiciones de este ensayo, Captura 8.

Nuevamente este es el paso más complejo y delicado, donde debemos prestar especial atención a la hora de introducir los parámetros, si deseamos realizar el ensayo correctamente.

El “**Potential 0**” (potencial 0) es el punto de inicio, desde éste se aproxima al “**Potential 1**” (potencial 1) donde comienza el barrido. Realiza primero un barrido desde el “**Potential 1**” (potencial

1) al “**Potential 2**” (potencial 2), y después otro barrido de regreso desde el “**Potential 2**” (potencial 2) hasta el “**Potential 1**” (potencial 1). (No regresa al “**Potential 0**” (potencial 0))

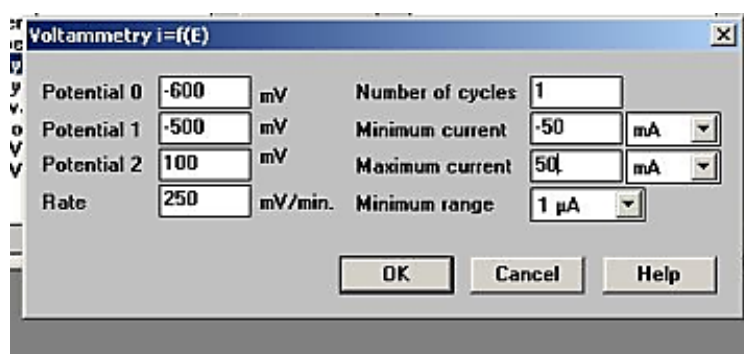


Captura 8

Para el correcto desarrollo del ensayo, debe ser **potencial 0 < potencial 1 < potencial 2**.

Nuevamente necesitaremos un margen más amplio en cuanto a los límites de intensidad (o densidad de corriente); mayor cuanto más amplio sea el barrido que deseamos realizar.

En este caso la velocidad de barrido la aumentamos, pues si no la realización del ensayo se alarga demasiado, Captura 9. Salvamos la información presionando la tecla “**OK**”.

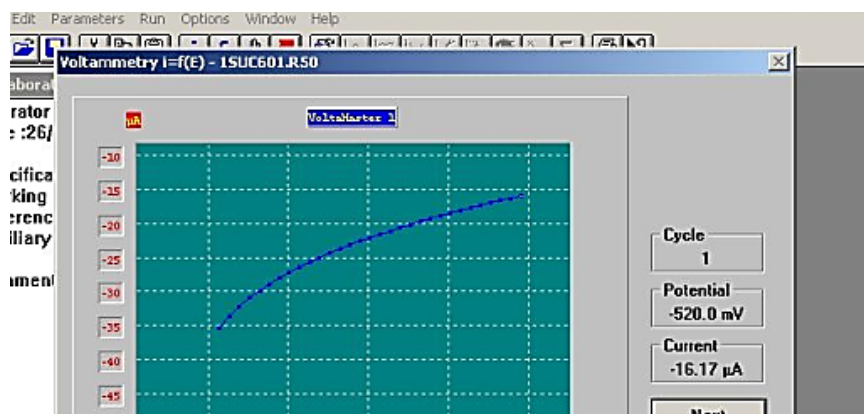


Captura 9

Iniciamos el ensayo presionando “**Run**” (correr el programa) y “**Start**” (comenzar), Captura 10. Inmediatamente aparece una pantalla en la que en tiempo real vemos el desarrollo del ensayo de forma gráfica y con los valores de intensidad y potencial (voltaje) simultáneamente, Captura 11.



Captura 10



Captura 11

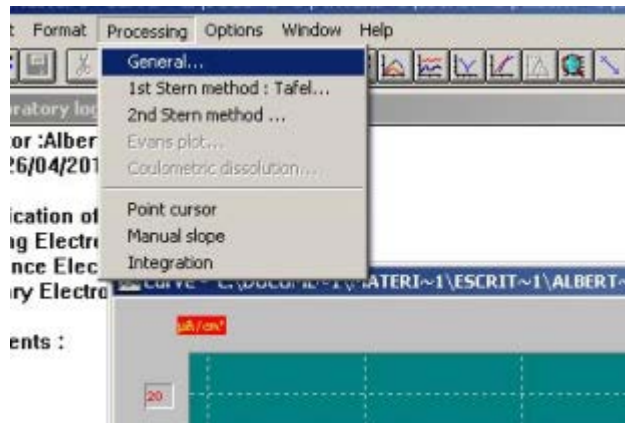
Al finalizar obtenemos una gráfica como la que muestra la Captura 12, donde se observa el potencial 0 a la izquierda del todo, y el potencial 1 marcado en rojo, donde termina la gráfica del segundo barrido.



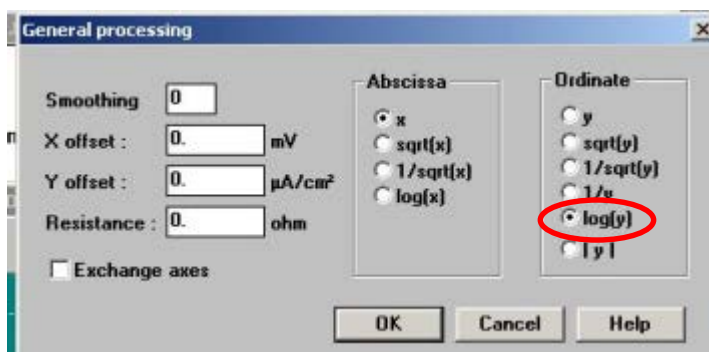
Captura 12

Ahora debemos procesar la gráfica para poderla analizar, por lo que tenemos que pasar la intensidad (o densidad de corriente) a escala logarítmica. Para ello debemos ir a **“Processing”**

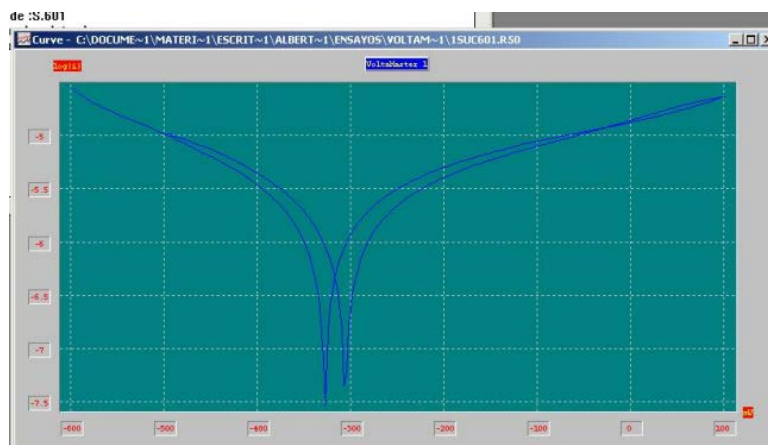
(procesamiento), y a “**General**” (general), Captura 13. Nos sale el cuadro de la Captura 14 y marcamos **log(y)**, y salvamos presionando “**OK**”.



Captura 13



Captura 14



Captura 15

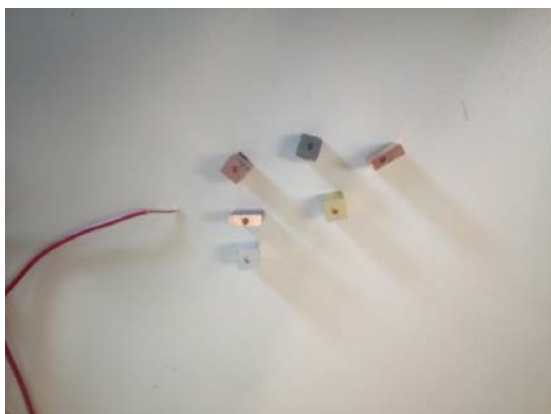
Así ya tenemos la gráfica, Captura 15, donde podemos observar que el barrido no coincide en ambos sentidos. En función de esta diferencia, podemos deducir diferentes aspectos del material y su proceso de corrosión en cada medio.

Anexo 2: Fotografías

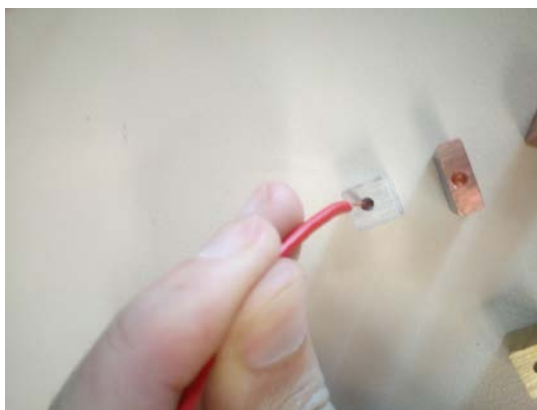
En el presente anexo se presenta la recopilación completa de toda la documentación gráfica generada en el transcurso de la elaboración del proyecto, a fin de dar testimonio, y de que pueda servir de ayuda cuando en un futuro se desee operar con dicho equipamiento.

Primer proceso preparación de probetas

Las fotografías de la 1 a la 13 son las realizadas paso a paso en el primer proceso de fabricación de las probetas y el montaje experimental.



Fotografía 1



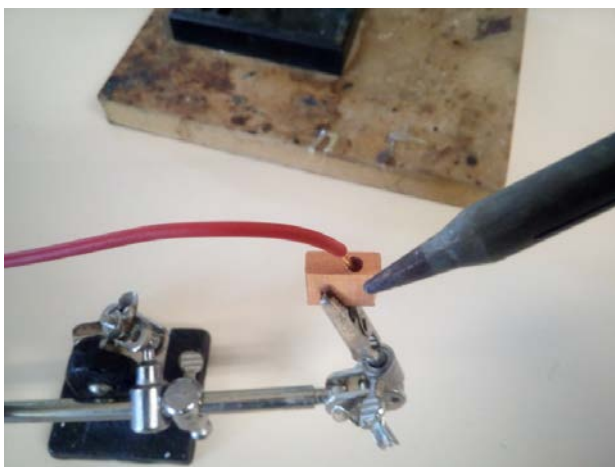
Fotografía 2



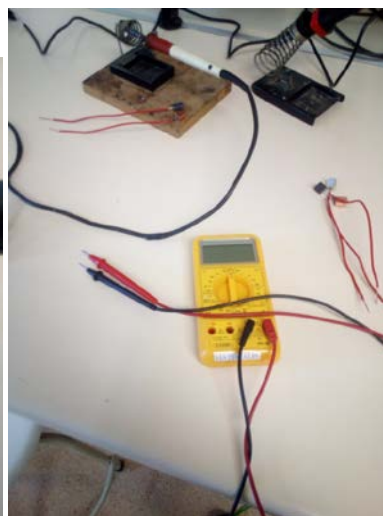
Fotografía 3



Fotografía 4



Fotografía 5



Fotografía 6



Fotografía 7



Fotografía 8



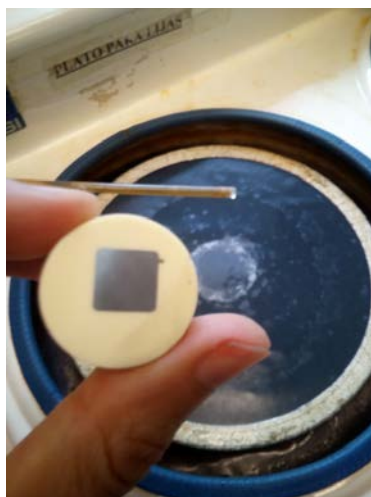
Fotografía 9



Fotografía 10



Fotografía 11



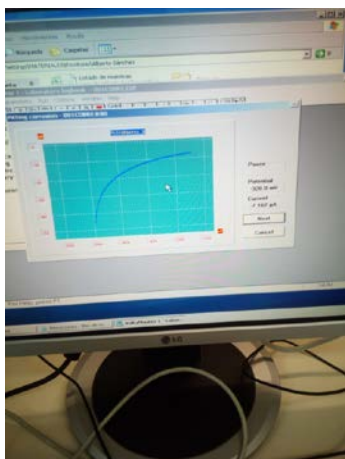
Fotografía 12



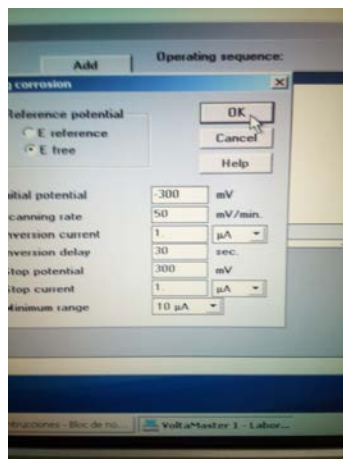
Fotografía 13

Interfaz del programa VoltaMaster 1

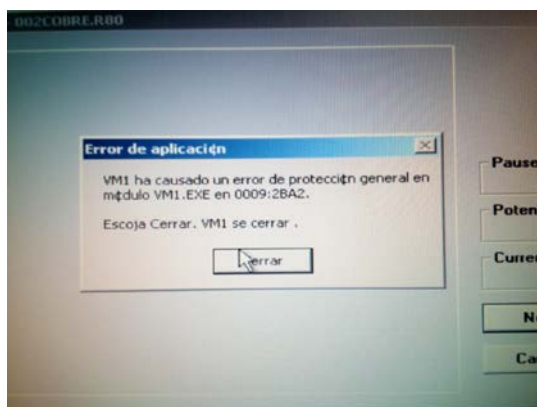
A continuación, las fotografías 14 a la 18 muestran distintas fotos de la interfaz del programa. La **fotografía 17** es la ventana de error que da el programa y tras la cual se cierra súbitamente. Y la **fotografía 18** indica como se debe conectar el aparato Voltalab al ordenador.



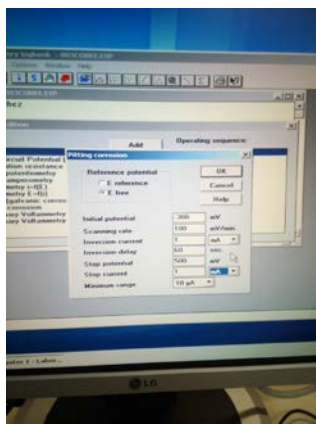
Fotografía 14



Fotografía 15



Fotografía 16



Fotografía 17



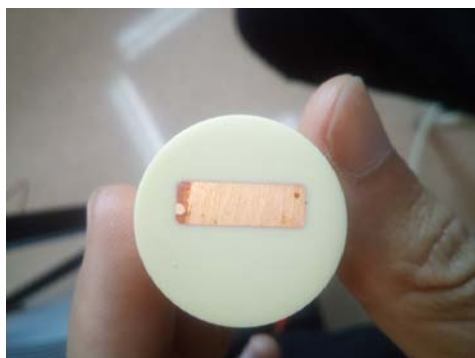
Fotografía 18



Fotografía 19

Estado superficial de las probetas tras los ensayos

En las fotografías comprendidas entre la **20** y la **25** se muestra el estado de la superficie de las probetas después de realizar los ensayos: se observa la aparición de manchas, creadas por depósitos de óxido. Una muestra tangible de que el ensayo es destructivo y se requiere lijar la superficie entre ensayos después de cada uno si se desea volver a realizar otro a continuación.



Fotografía 20



Fotografía 21



Fotografía 22



Fotografía 23



Fotografía 24



Fotografía 25

Segundo proceso preparación de las probetas

Las fotografías de la 26 a la 32 son las que corresponden a la segunda fase de fabricación de probetas. Hay que destacar la 30, 31 y 32, que muestran de dónde se sacó el pequeño fragmento de material para la fabricación de la probeta. Y, finalmente, señalar que la fotografía 33 está realizada en mitad del proceso de lijado, el cual al tratarse de superaleaciones fue mas complejo, ya que debido a la dureza del material requiere mas tiempo, y Si te descuidas se formaran pirámides en la superficie.



Fotografía 26



Fotografía 27



Fotografía 28



Fotografía 29



Fotografía 30



Fotografía 31



Fotografía 32

Ensayos de metalografía

Las últimas fotografías, de la 33 a la 38, son las realizadas en el transcurso de los ensayos metalográficos. Se ven probetas con su correspondiente disolución química para realizar el ataque. Y en las 2 últimas fotografías se muestra el montaje de la cuba electrolítica para realizar el ataque del acero inoxidable con ácido oxálico.



Fotografía 33



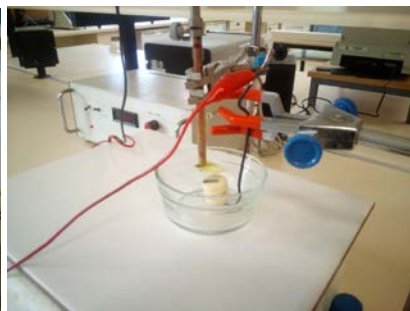
Fotografía 34



Fotografía 35



Fotografía 36



Fotografía 37

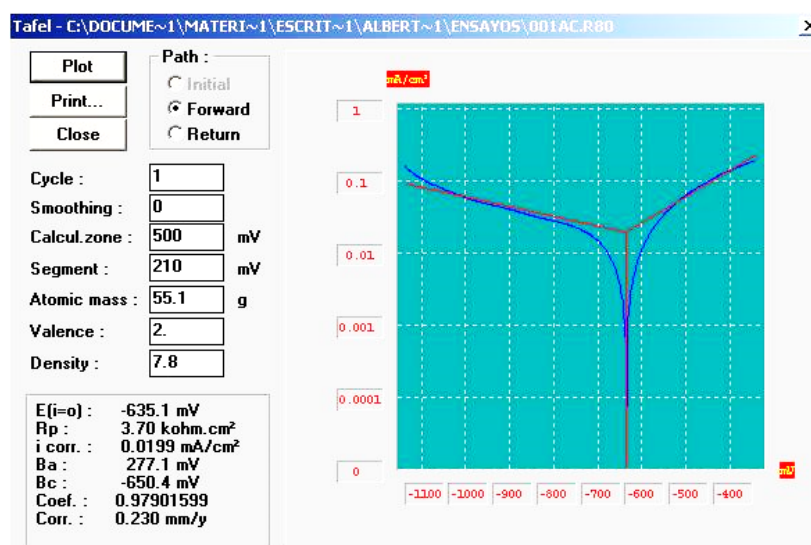
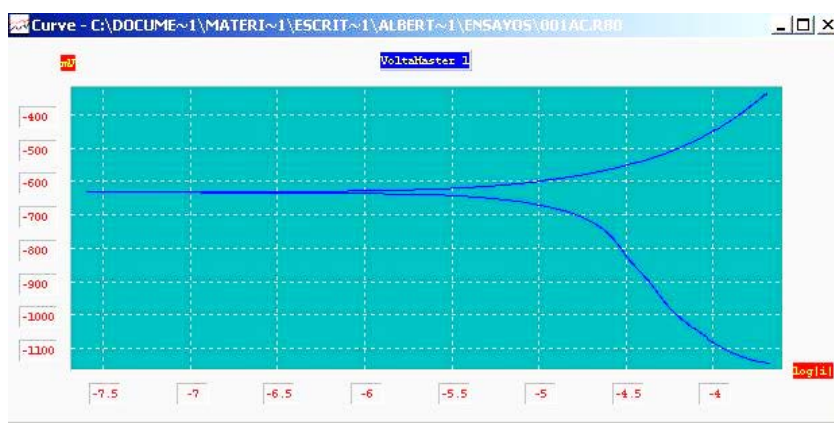


Fotografía 38

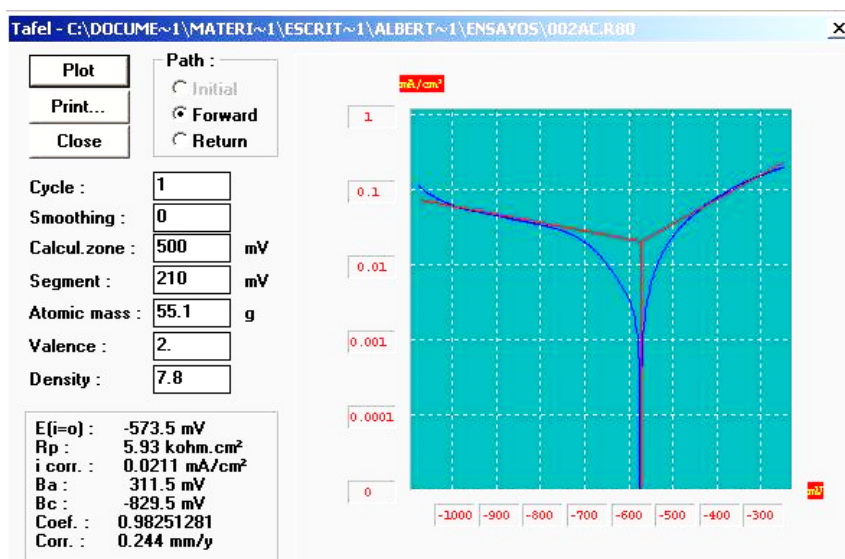
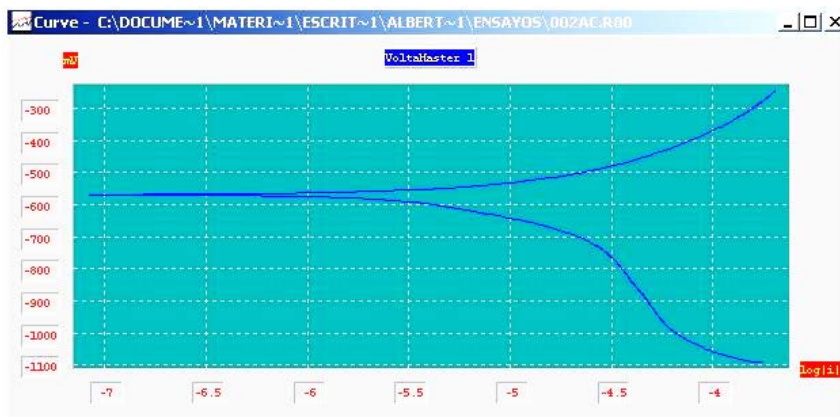
Anexo 3: Ensayos

Acero: Gráficas experimentales

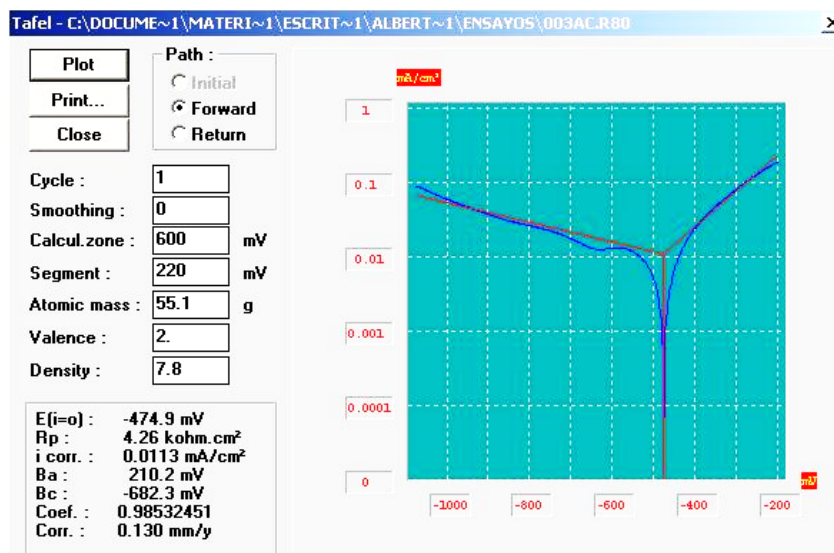
Extrapolación de Tafel



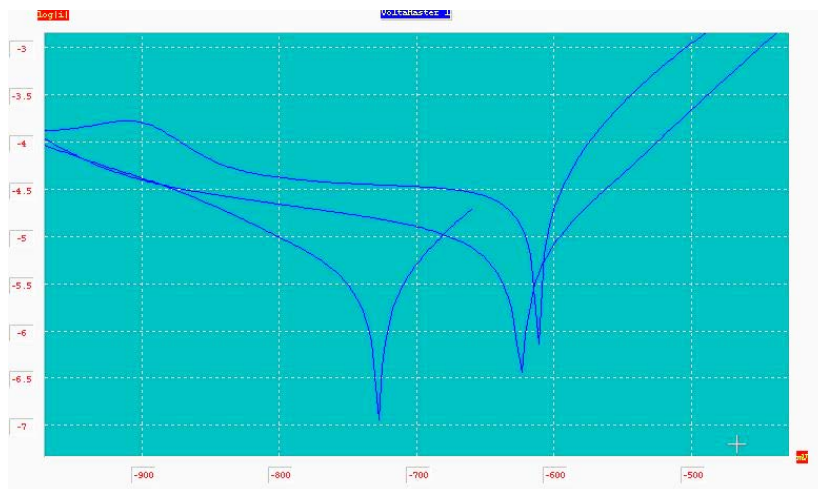
Extrapolación de Tafel



Extrapolación de Tafel

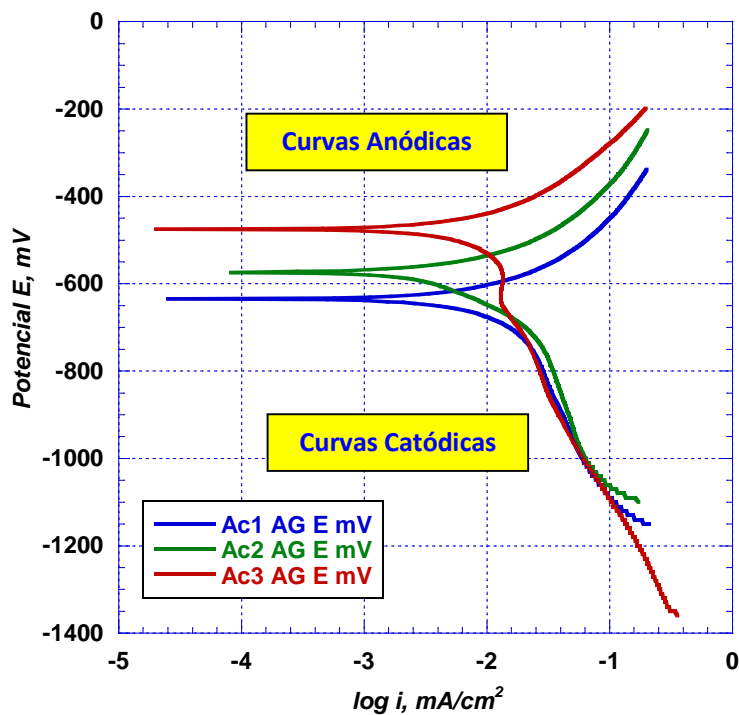


Polarización cíclica

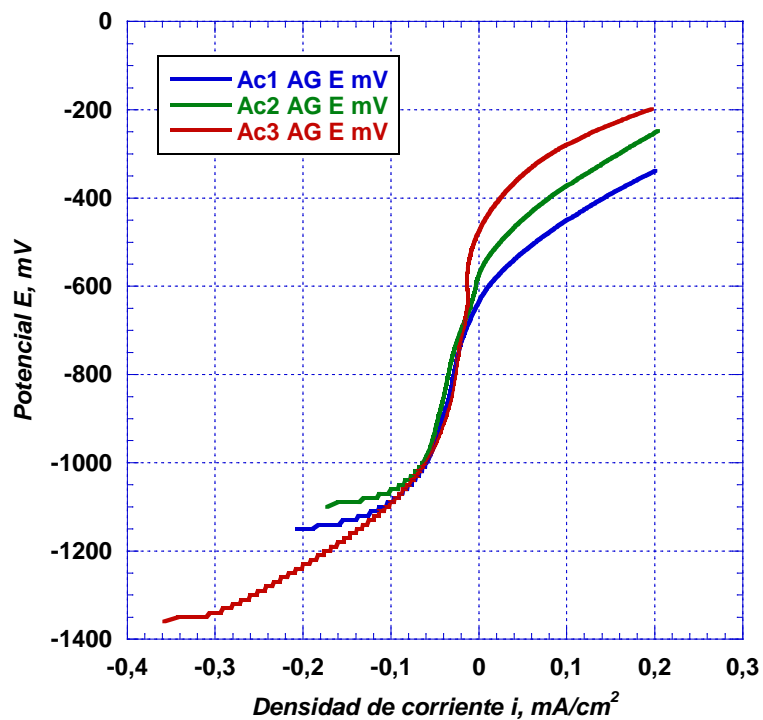


Acero: Gráficas trabajadas manualmente

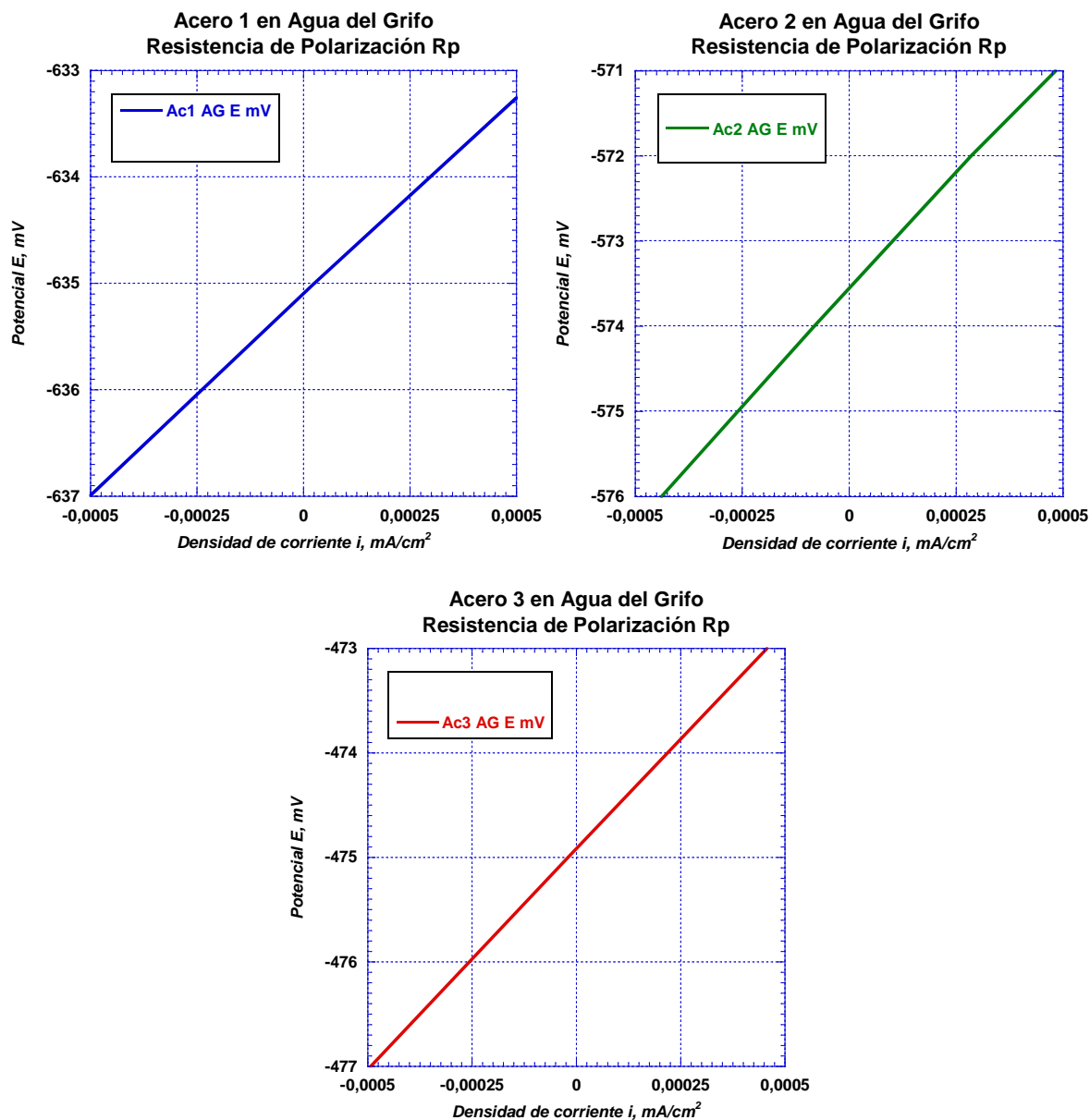
Acero en Agua del Grifo, Curvas de Pitting Corrosion



Acero en Agua del Grifo. Curvas de Polarización



Resistencia de Polarización



Resistencia de Polarización, Al 1, en agua del grifo

$$R_p (\text{Ac1 AG}) \approx \Delta E / \Delta I \approx 3,75 / 0,001 = 3750 \text{ Ohm} \times \text{cm}^2$$

$$\text{Potencial de Corrosión } E_{\text{corr}} (\text{Ac1 AG}) = -635 \text{ mV} = -0,635 \text{ V}$$

Resistencia de Polarización, Al 2, en agua del grifo

$$R_p (\text{Ac2 AG}) \approx \Delta E / \Delta I \approx 5,0 / 0,0009125 = 5480 \text{ Ohm} \times \text{cm}^2$$

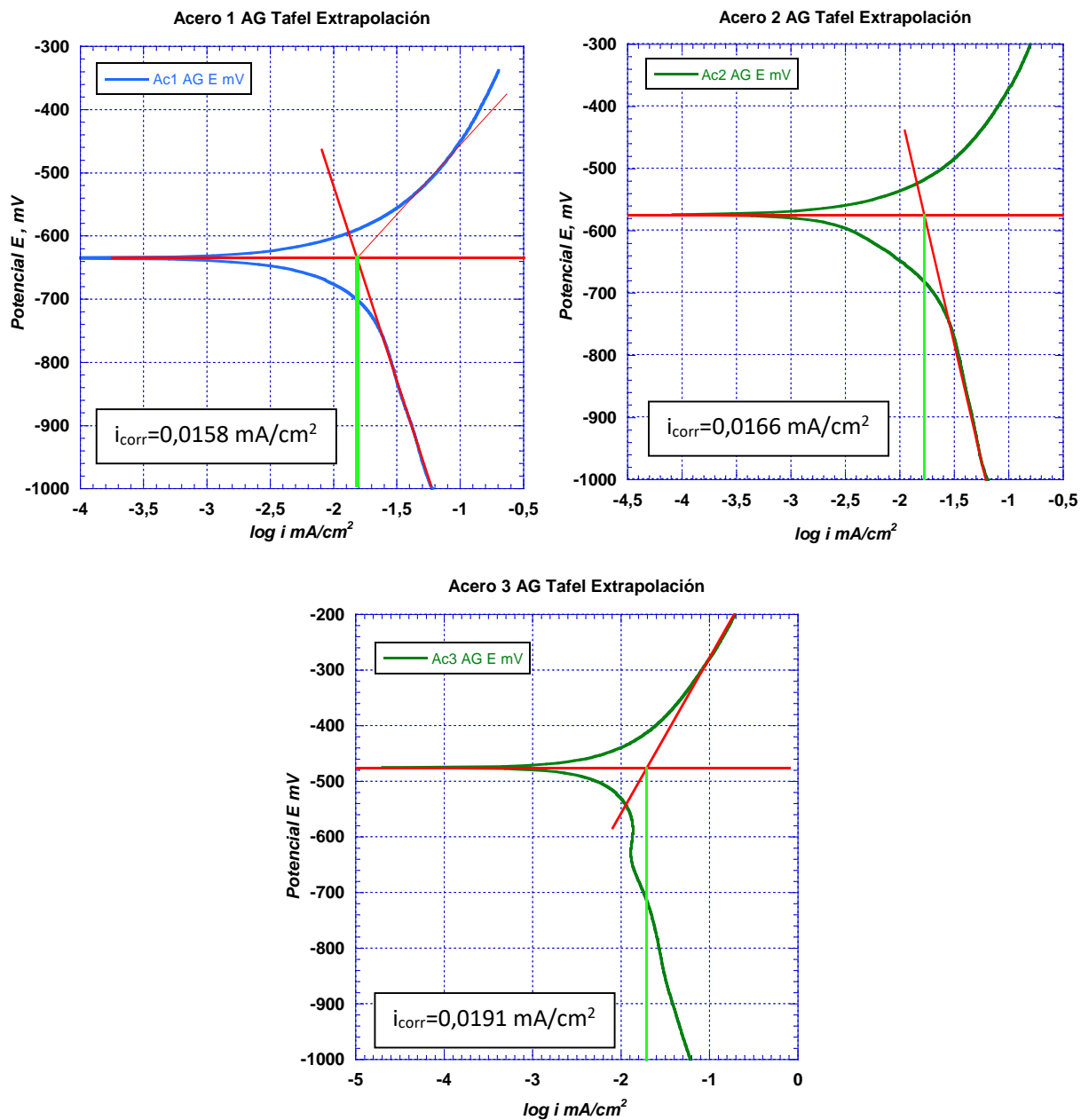
$$\text{Potencial de Corrosión } E_{\text{corr}} (\text{Ac2 AG}) = -574 \text{ mV} = -0,574 \text{ V}$$

Resistencia de Polarización, Al 3, en agua del grifo

$$R_p (\text{Ac3 AG}) \approx \Delta E / \Delta I \approx 4,0 / 0,00095 = 4210 \text{ Ohm} \times \text{cm}^2$$

$$\text{Potencial de Corrosión } E_{\text{corr}} (\text{Ac3 AG}) = -475 \text{ mV} = -0,475 \text{ V}$$

Extrapolación de Tafel

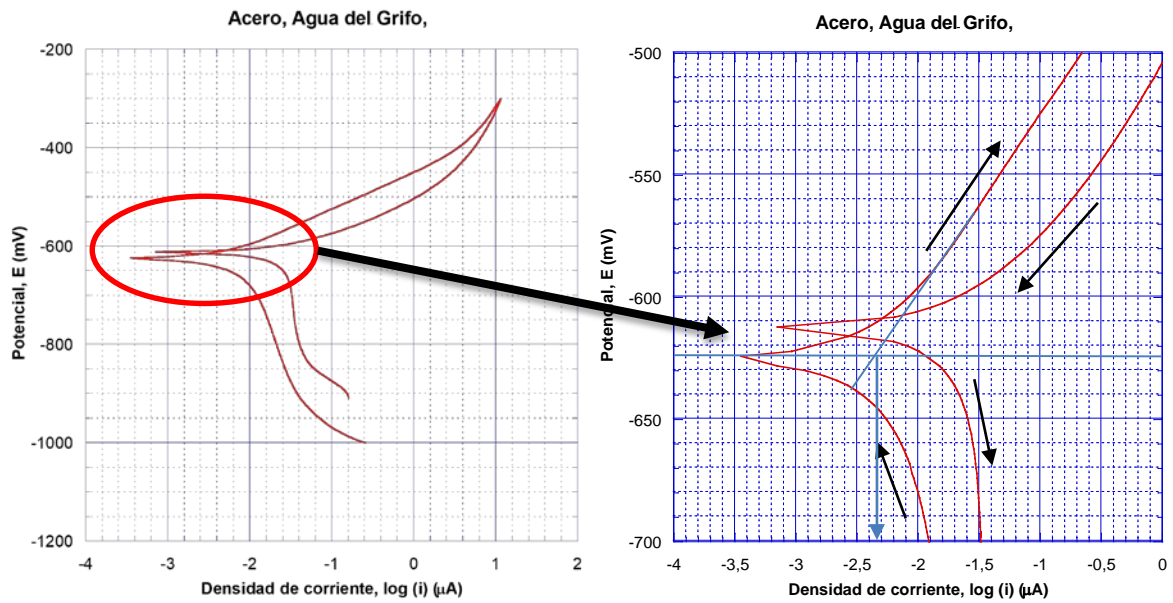


Densidad Corriente Corrosión i_{corr} (Ac1 AG) = 0,0158 mA/cm²

Densidad Corriente Corrosión i_{corr} (Ac2 AG) = 0,0166 mA/cm²

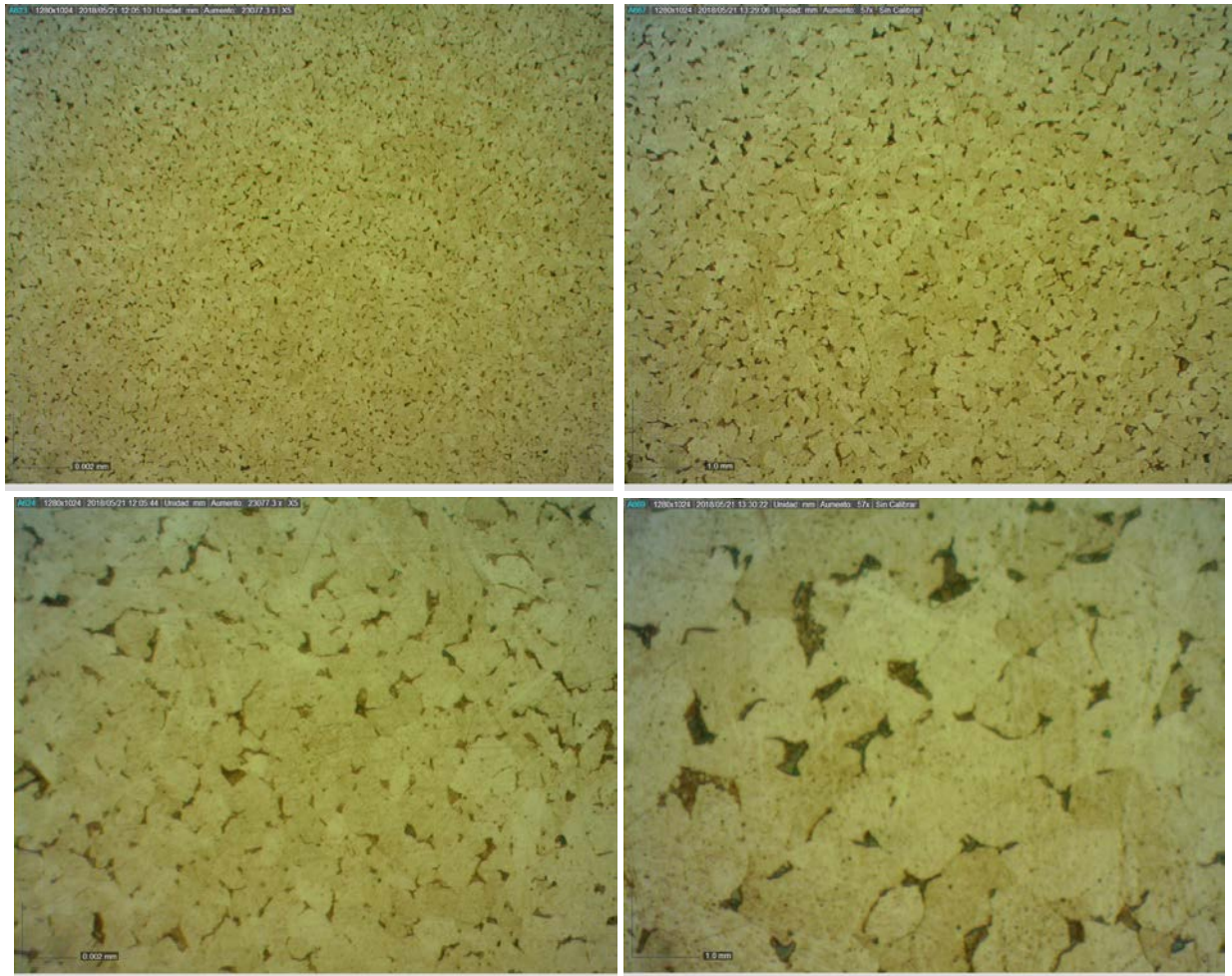
Densidad Corriente Corrosión i_{corr} (Ac3 AG) = 0,0191 mA/cm²

Polarización cíclica



El acero al carbono muestra, en la polarización cíclica un muy pequeño incremento del potencial de corrosión en la curva de vuelta y una velocidad de corrosión algo superior. Como no hay capa de pasivación, el material vuelve prácticamente a su comportamiento inicial.

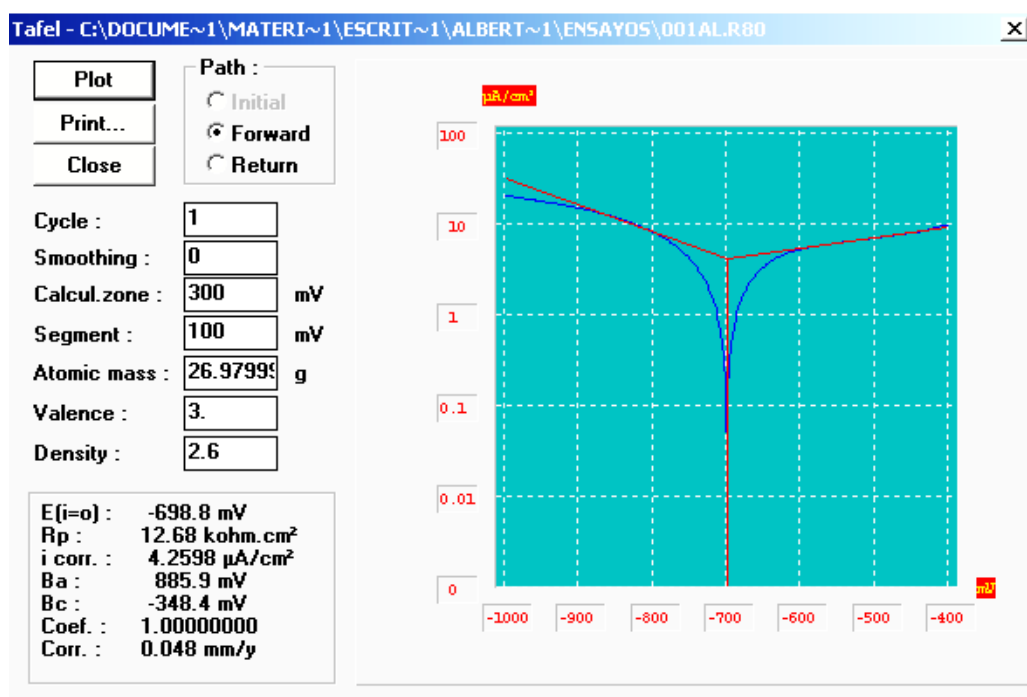
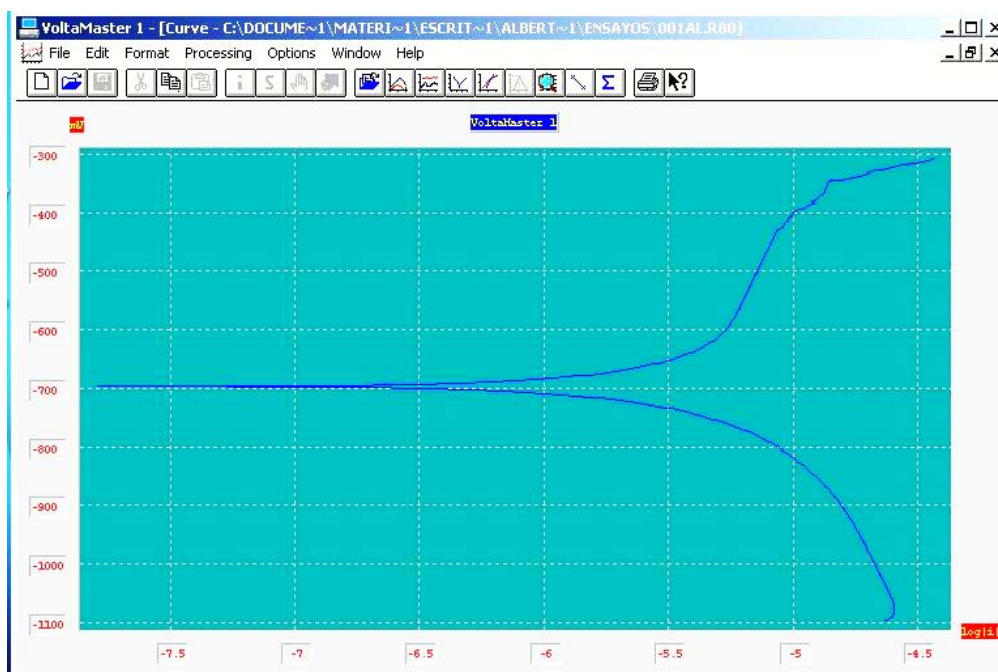
Acero. Metalografía



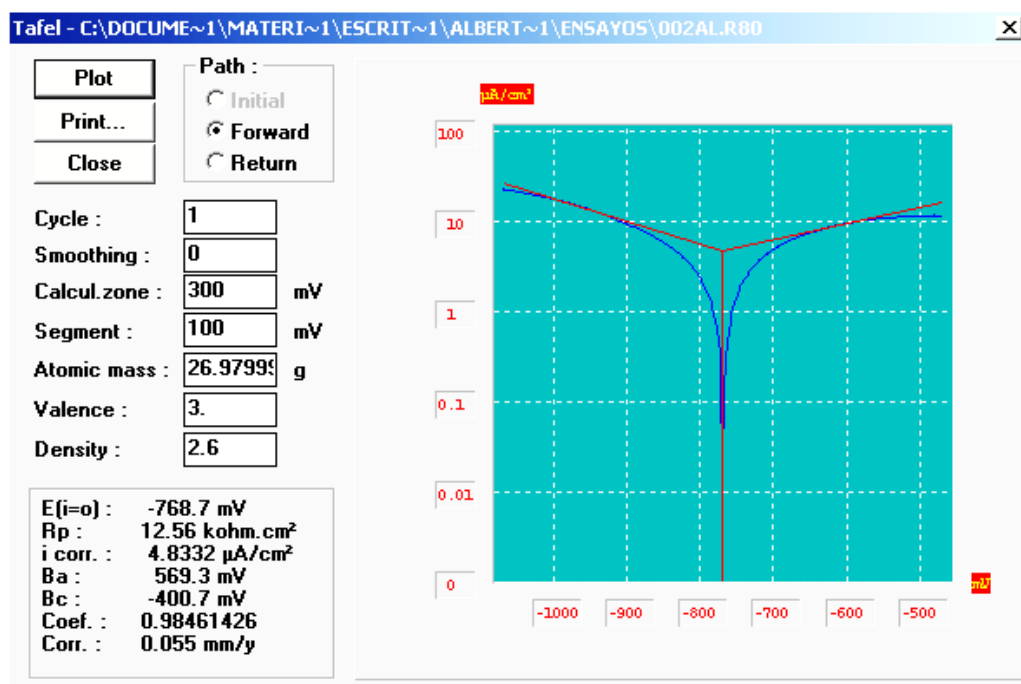
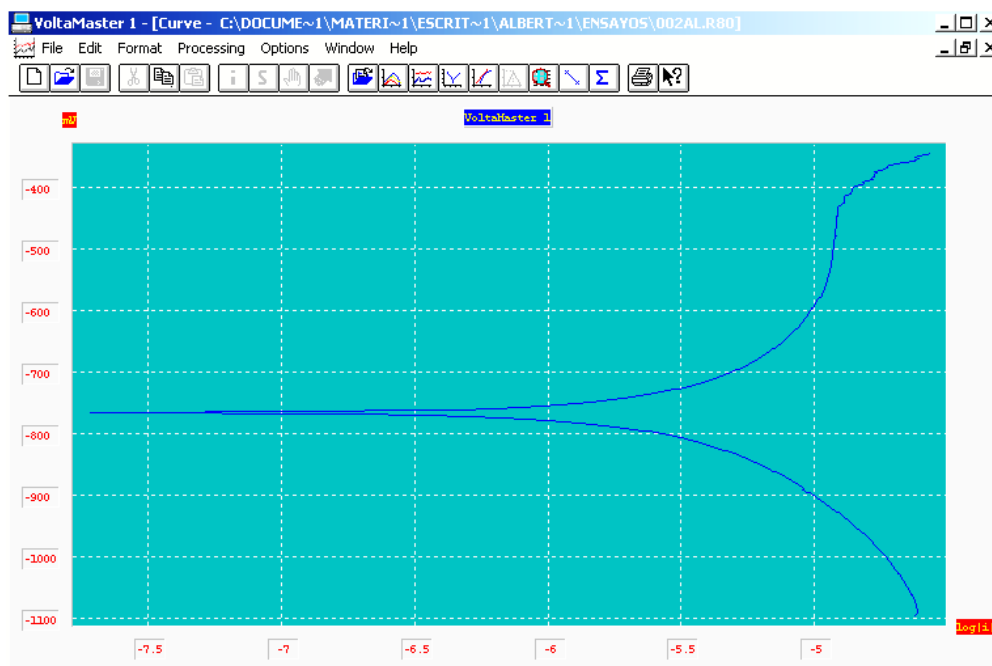
La microestructura muestra que es un acero de bajo carbono. El ataque con Nital 5 (5% de ácido nítrico en alcohol etílico) permite determinar la ferrita, de color claro, y la perlita, de color oscuro. La baja cantidad de perlita indica que el acero tiene, efectivamente, un bajo porcentaje de carbono. Las micrografías están realizadas con objetivos de x5, x10, x20 y x40, respectivamente (de izquierda a derecha y de arriba abajo).

Aluminio: Gráficas experimentales

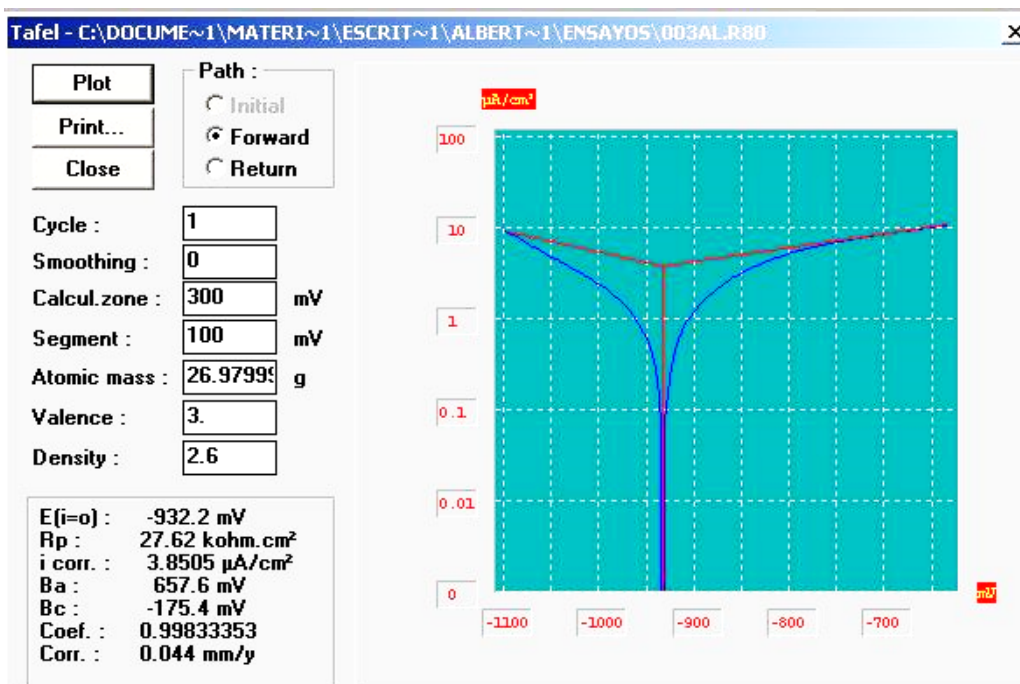
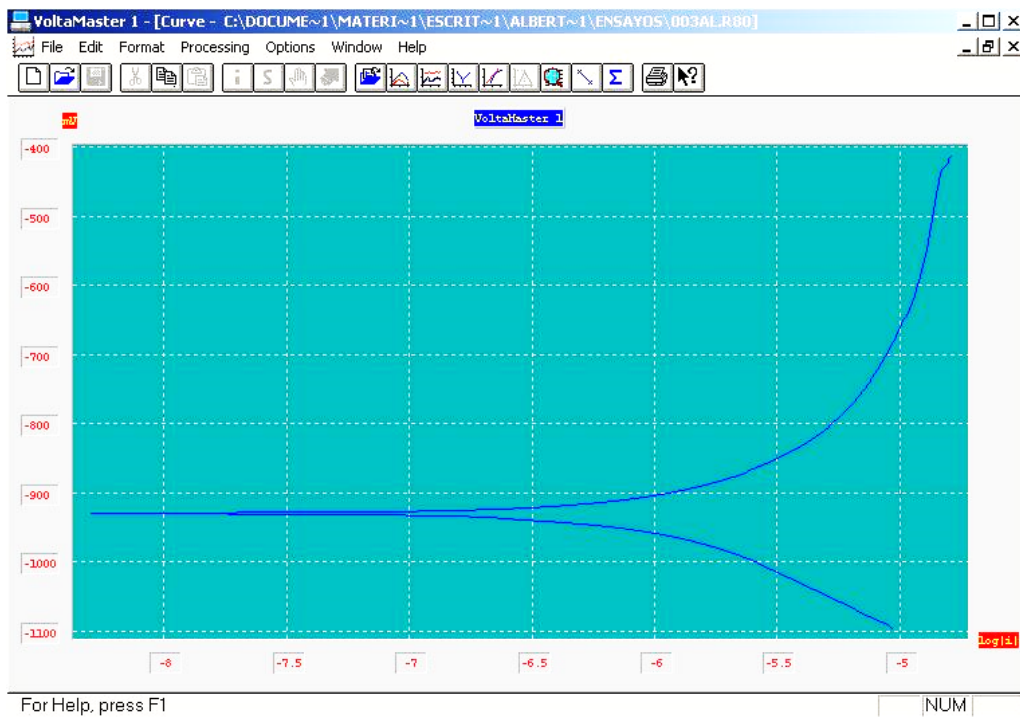
Extrapolación de Tafel



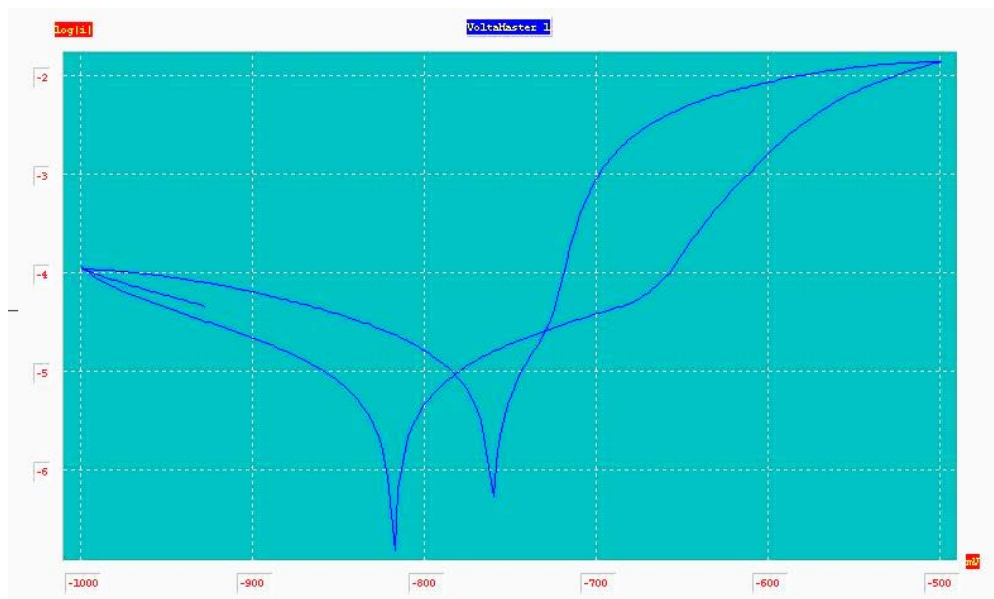
Extrapolación de Tafel



Extrapolación de Tafel



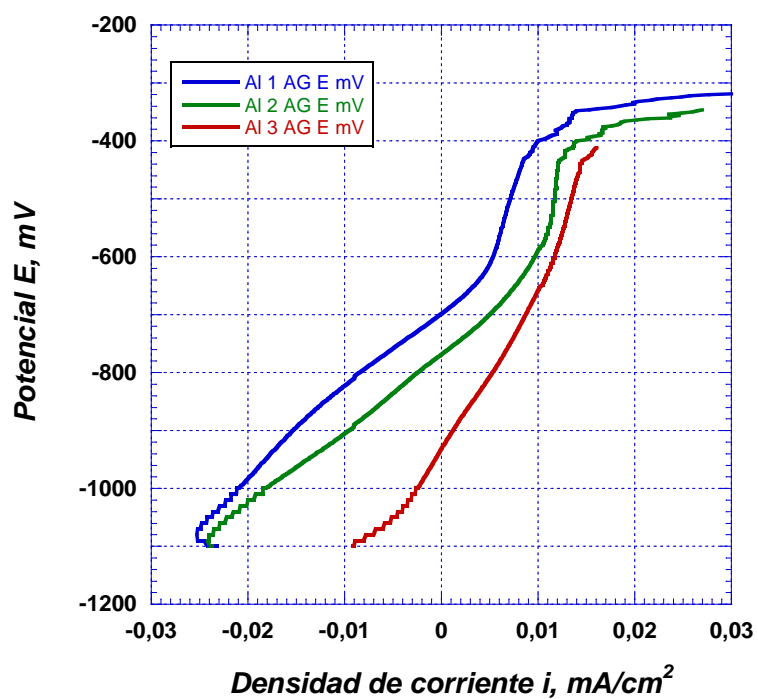
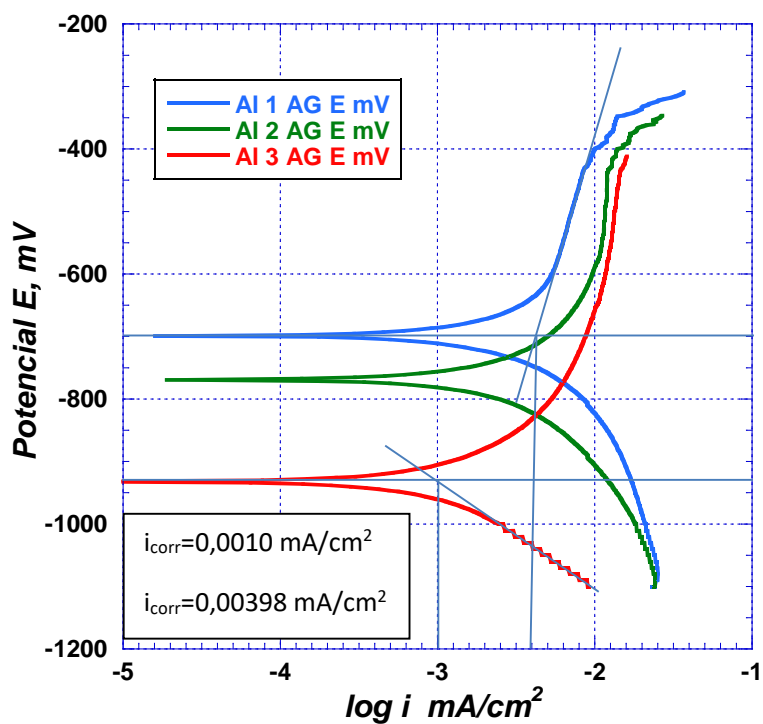
Polarización cíclica

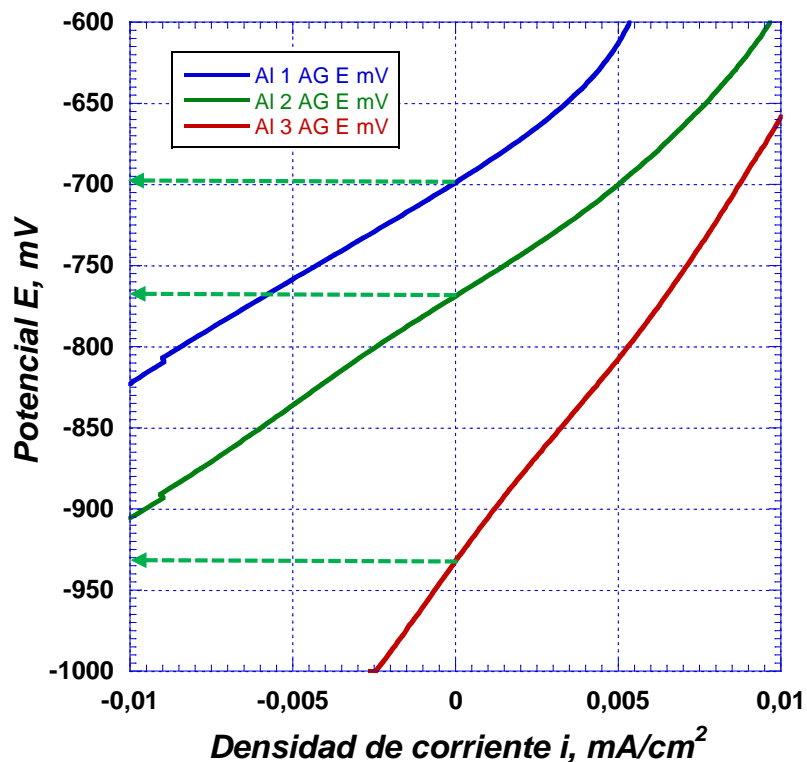


Aluminio: Gráficas trabajadas manualmente

Extrapolación de Tafel

Aluminio en Agua del Grifo, Curvas de Polarización



Resistencia de Polarización

Resistencia de Polarización, Al 1, en agua del grifo

$$R_p (\text{Al 1 AG}) \approx \Delta E / \Delta i \approx 2,0 / 0,000142 \approx 12800 \text{ Ohm} \times \text{cm}^2$$

$$\text{Potencial de Corrosión } E_{corr} (\text{Al 1 AG}) = -695 \text{ mV} = -0,695 \text{ V}$$

Resistencia de Polarización, Al 2, en agua del grifo

$$R_p (\text{Al 2 AG}) \approx \Delta E / \Delta i \approx 3,0 / 0,000235 \approx 12700 \text{ Ohm} \times \text{cm}^2$$

$$\text{Potencial de Corrosión } E_{corr} (\text{Al 2 AG}) = -770 \text{ mV} = -0,770 \text{ V}$$

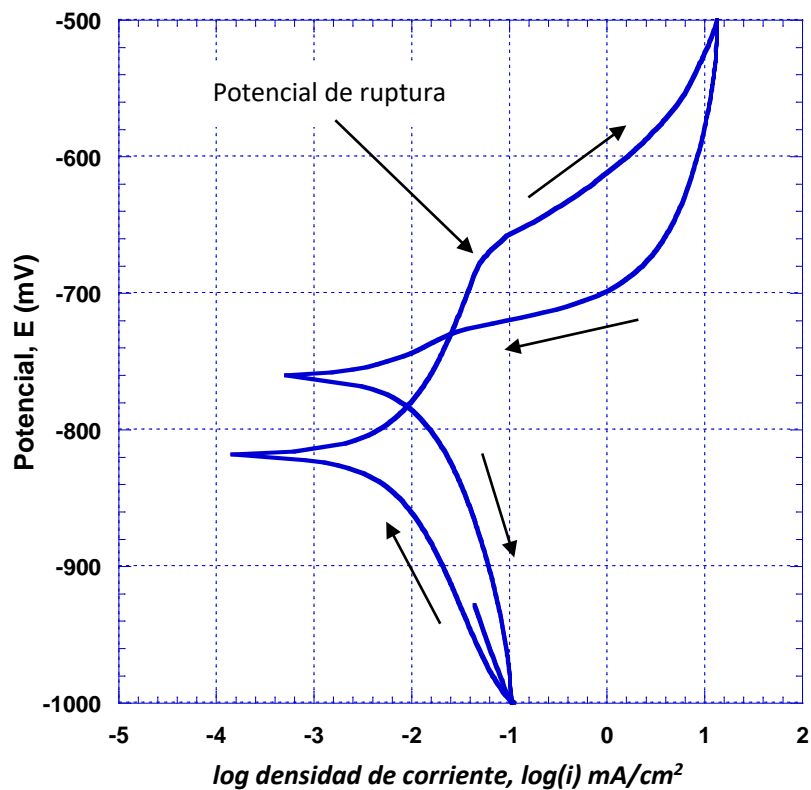
Resistencia de Polarización, Al 3, en agua del grifo

$$R_p (\text{Al 3 AG}) \approx \Delta E / \Delta i \approx 4,9 / 0,0001775 \approx 27600 \text{ Ohm} \times \text{cm}^2$$

$$\text{Potencial de Corrosión } E_{corr} (\text{Al 3 AG}) = -930 \text{ mV} = -0,930 \text{ V}$$

Polarización cíclica

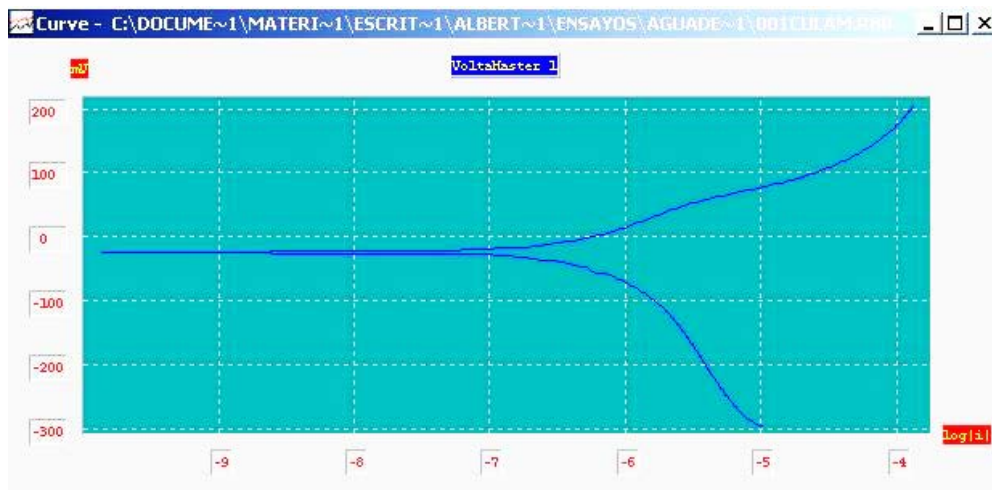
Aluminio, Agua del Grifo, Polarización cíclica



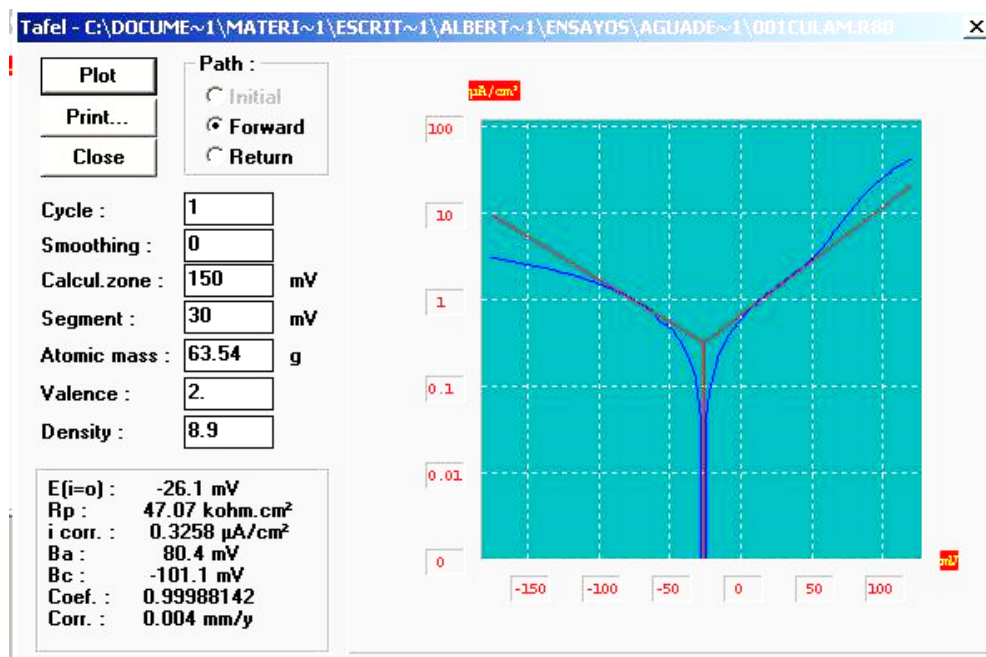
El Aluminio se encuentra pasivado, pero cuando se alcanza el potencial de ruptura (indicado en la figura) se produce un incremento de la corrosión. En la vuelta se alcanza un potencial de corrosión mayor pero una velocidad de corrosión algo superior.

Cobre: Gráficas experimentales

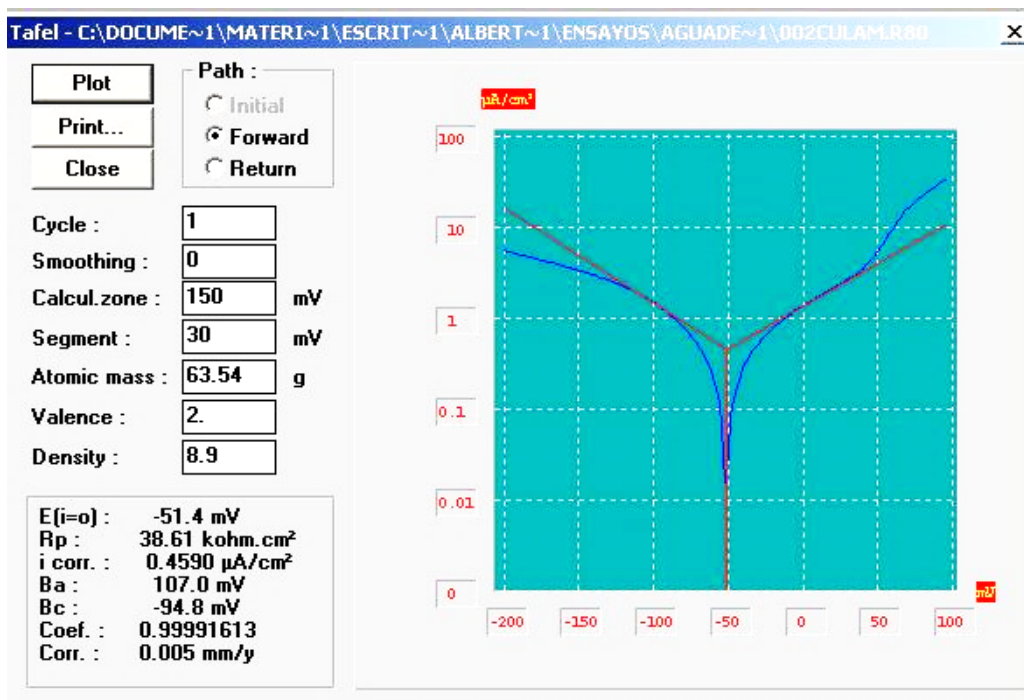
Extrapolación de Tafel: Cobre Laminado en Agua del Grifo



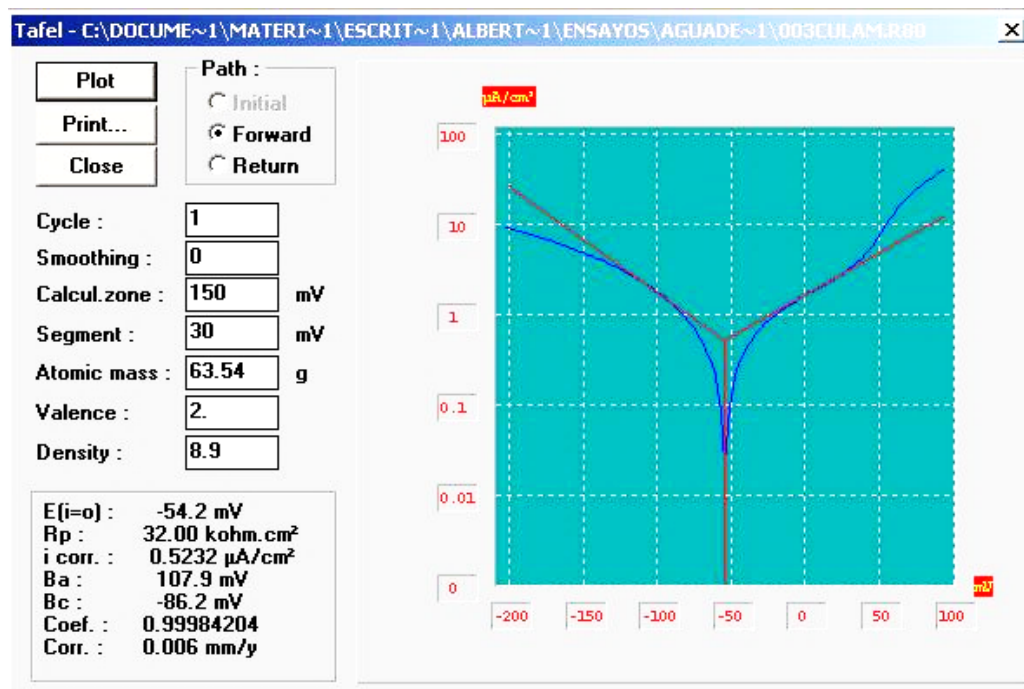
Extrapolación de Tafel: Cobre Laminado en Agua del Grifo. Ensayo 1



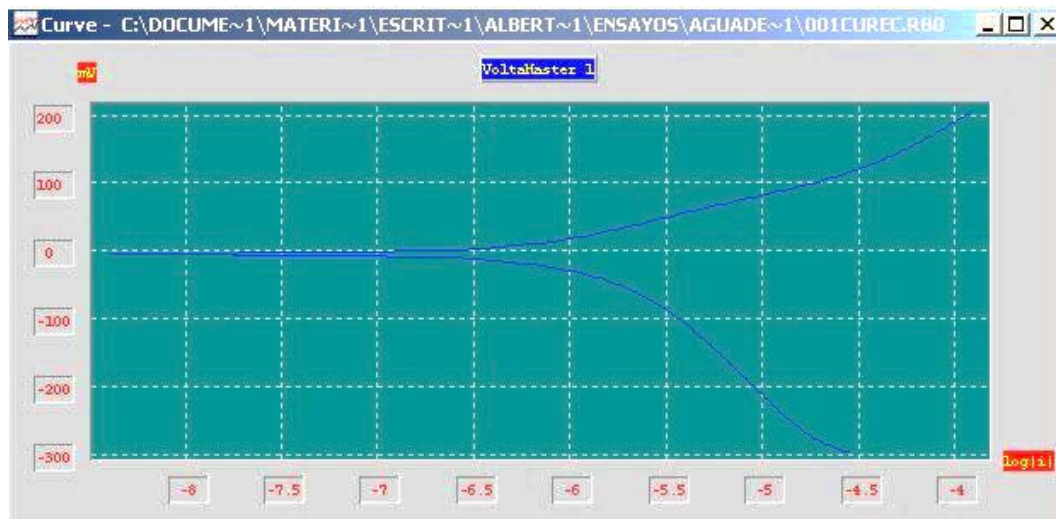
Extrapolación de Tafel: Cobre Laminado en Agua del Grifo. Ensayo 2



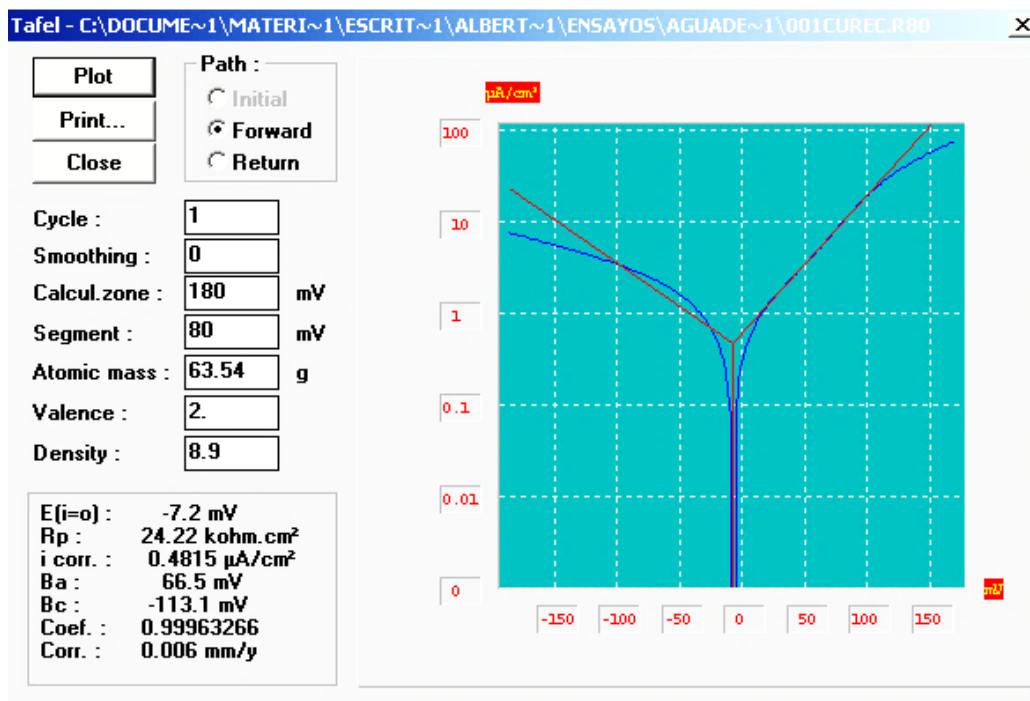
Extrapolación de Tafel: Cobre Laminado en Agua del Grifo. Ensayo 3



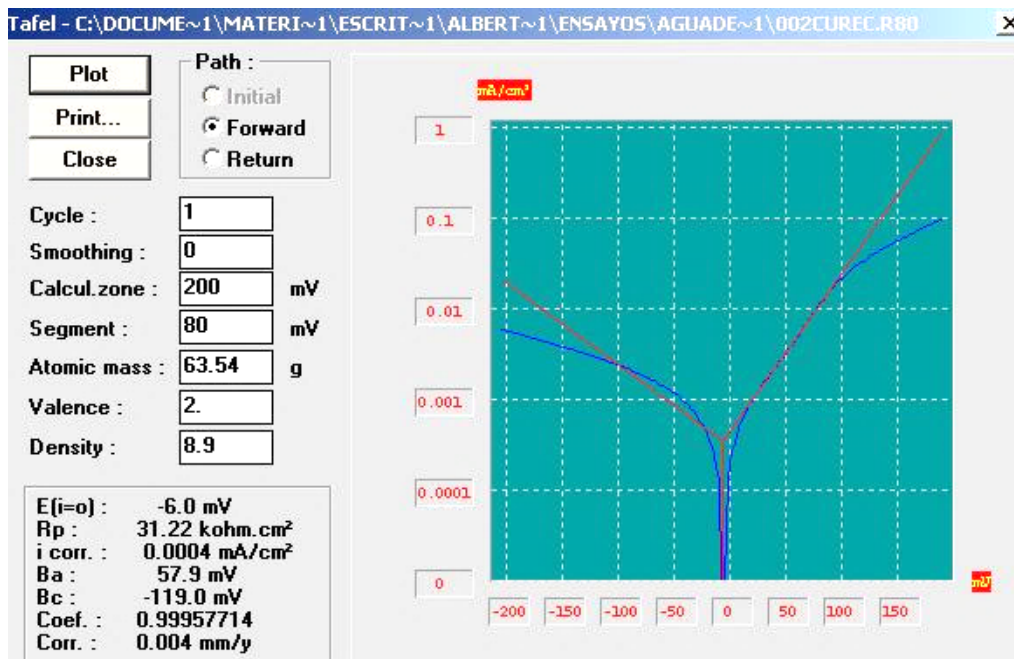
Extrapolación de Tafel: Cobre Laminado y Recocido en Agua del Grifo



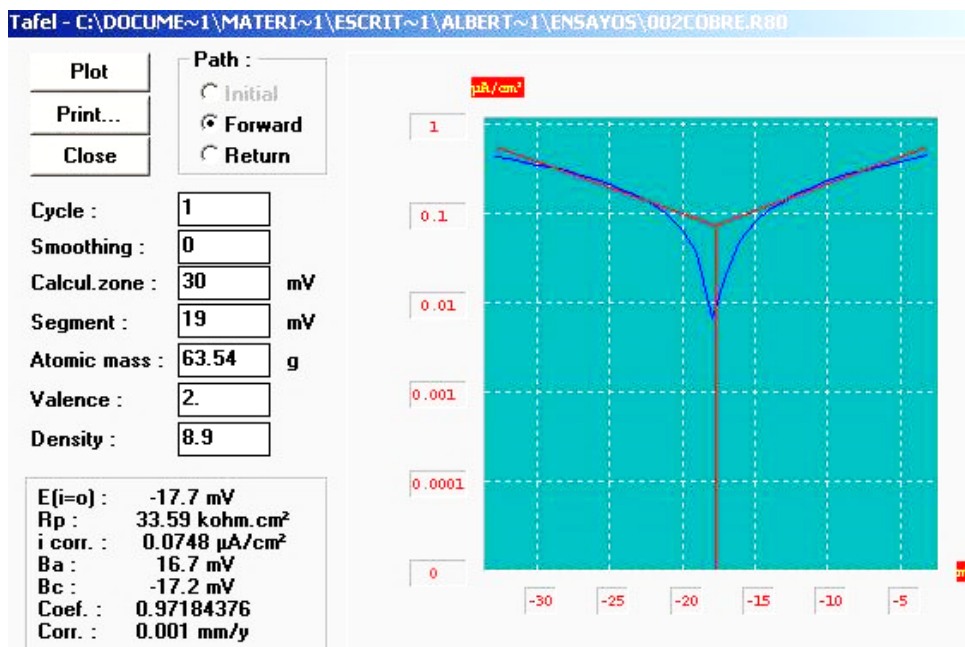
Extrapolación de Tafel: Cobre Laminado y Recocido. Ensayo 1



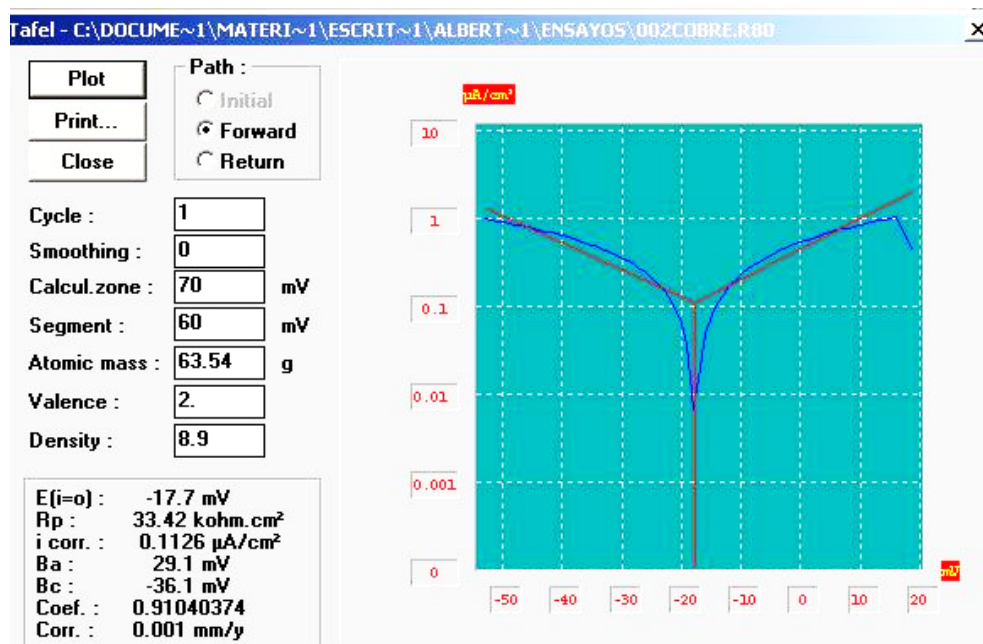
Extrapolación de Tafel: Cobre Laminado y Recocido. Ensayo 2



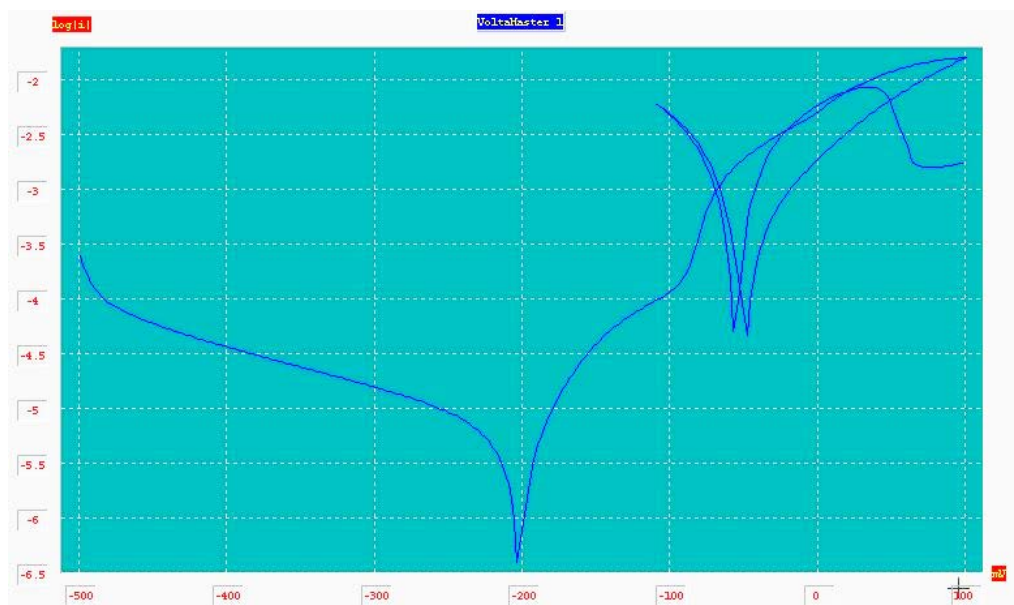
Extrapolación de Tafel: Cobre en agua del grifo. Ensayo 2



Extrapolación de Tafel: Cobre en agua del grifo. Ensayo 2



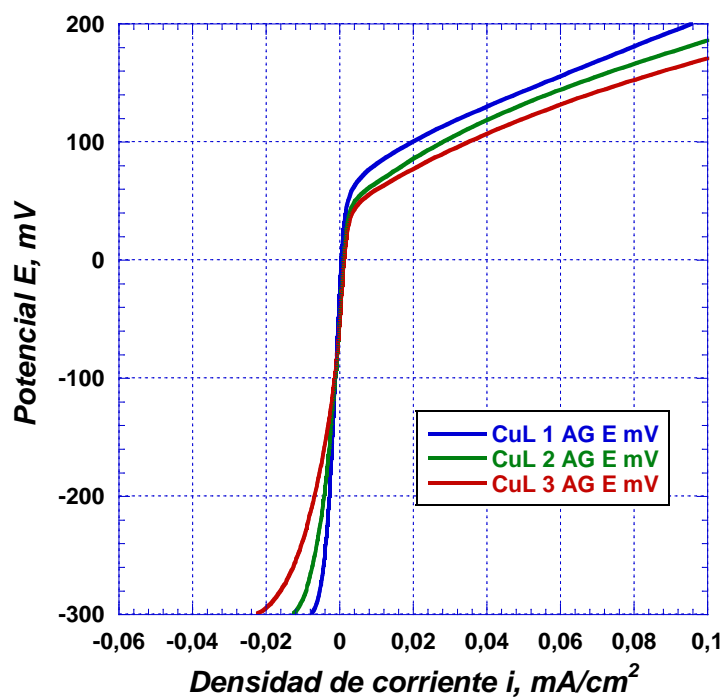
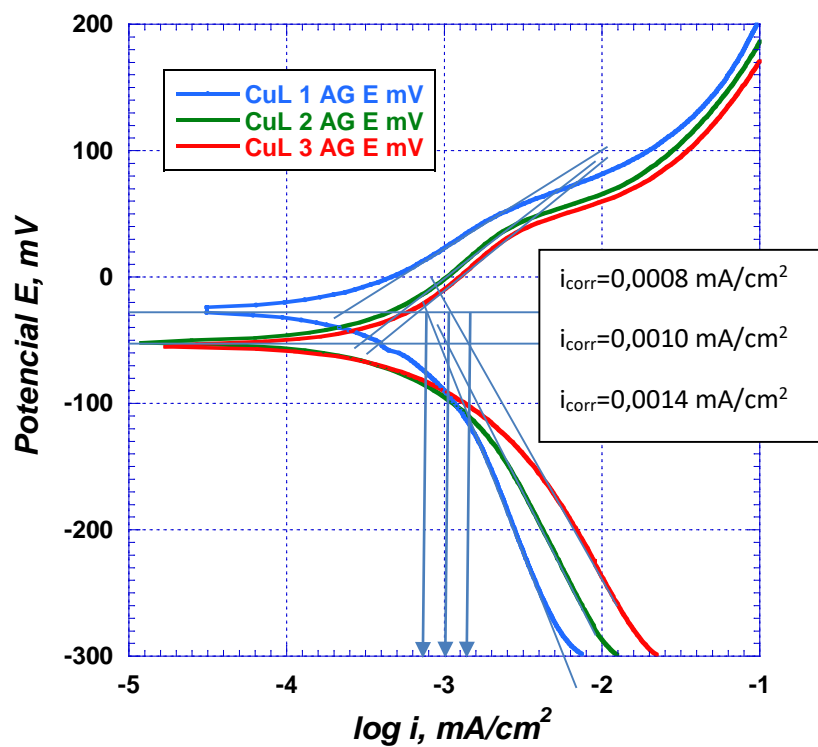
Polarización cíclica: Cobre en agua del grifo

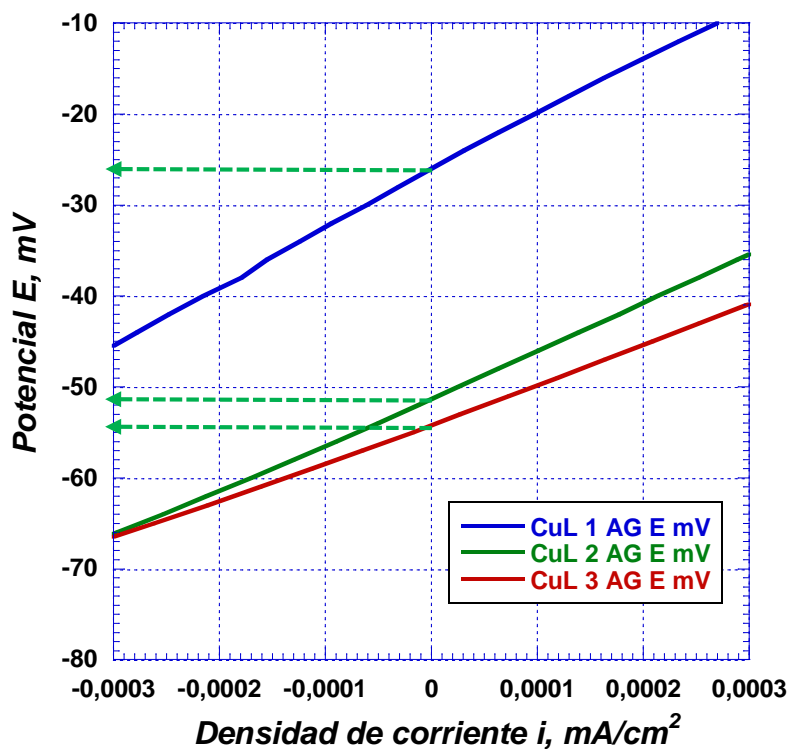


Cobre: Gráficas trabajadas manualmente

Extrapolación de Tafel

Cobre Laminado Agua del Grifo, Curvas de Polarización



Resistencia de Polarización

Resistencia de Polarización, CuL 1, en agua del grifo

$$R_p (\text{CuL 1 AG}) \approx \Delta E / \Delta i \approx 4,0 / 0,000062 \approx 64500 \text{ Ohm} \times \text{cm}^2$$

$$\text{Potencial de Corrosión } E_{\text{corr}} (\text{CuL 1 AG}) = -26 \text{ mV} = -0,026 \text{ V}$$

Resistencia de Polarización, CuL 2, en agua del grifo

$$R_p (\text{CuL 2 AG}) \approx \Delta E / \Delta i \approx 3,0 / 0,000056 \approx 53600 \text{ Ohm} \times \text{cm}^2$$

$$\text{Potencial de Corrosión } E_{\text{corr}} (\text{CuL 2 AG}) = -51 \text{ mV} = -0,051 \text{ V}$$

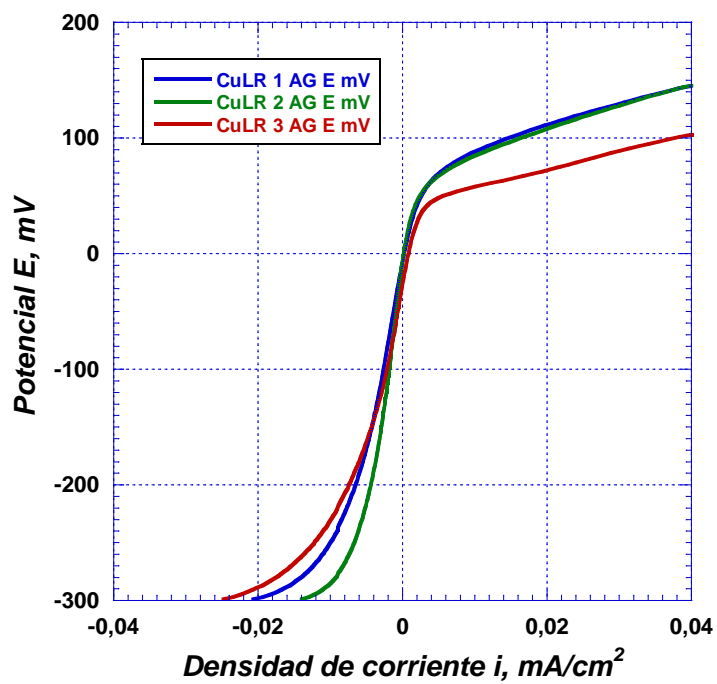
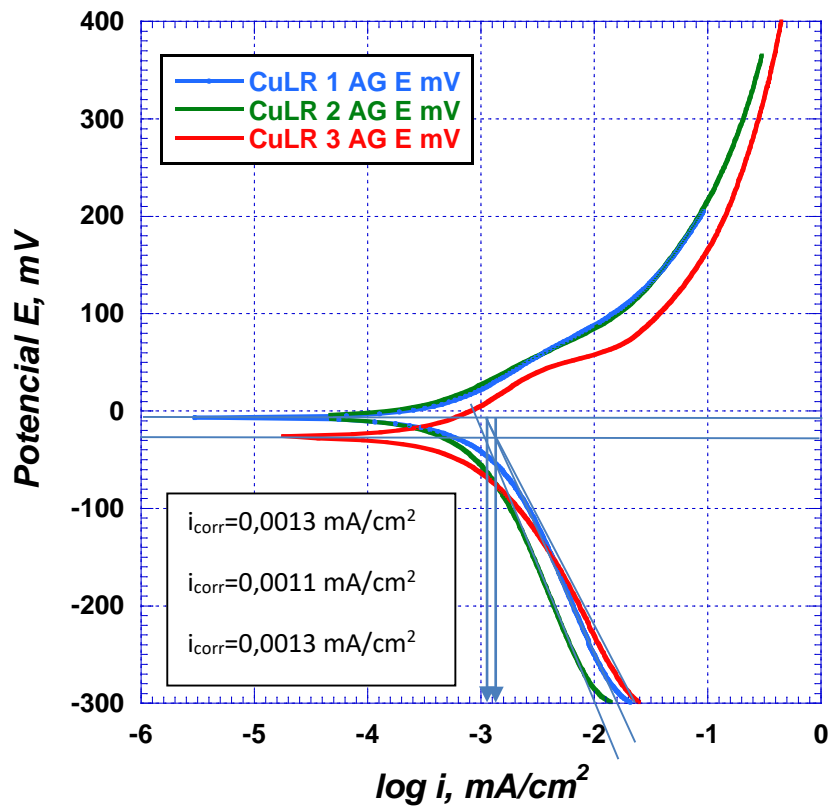
Resistencia de Polarización, CuL 3, en agua del grifo

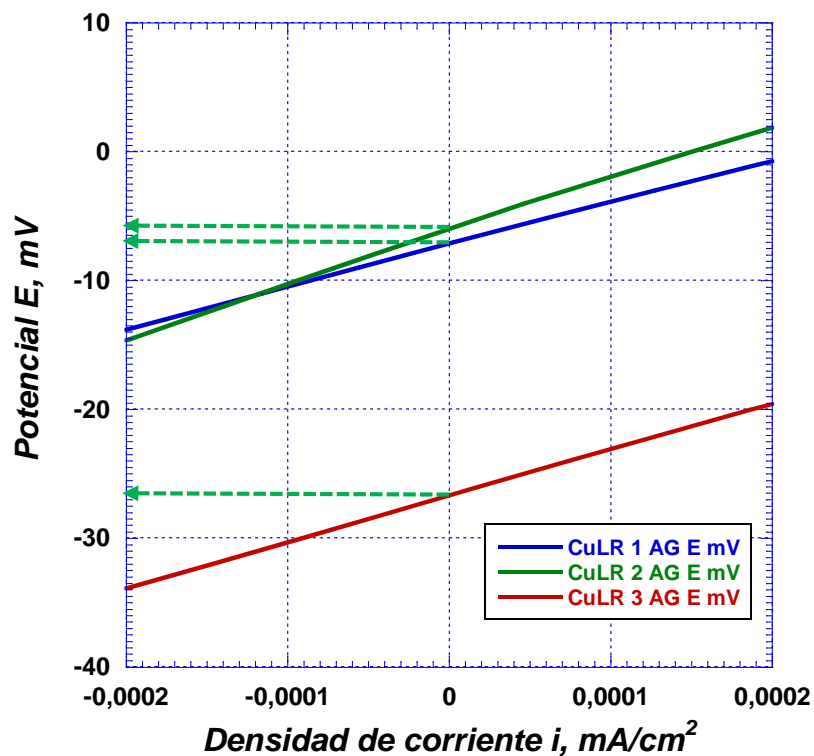
$$R_p (\text{CuL 3 AG}) \approx \Delta E / \Delta i \approx 3,0 / 0,000068 \approx 44100 \text{ Ohm} \times \text{cm}^2$$

$$\text{Potencial de Corrosión } E_{\text{corr}} (\text{CuL 3 AG}) = -54 \text{ mV} = -0,054 \text{ V}$$

Extrapolación de Tafel

Cobre Laminado y Recocido Agua del Grifo Curvas de Polarización



Resistencia de Polarización

Resistencia de Polarización, CuLR 1, en agua del grifo

$$R_p (\text{CuLR 1 AG}) \approx \Delta E / \Delta i \approx 5,0 / 0,00015 = 33300 \text{ Ohm} \times \text{cm}^2$$

$$\text{Potencial de Corrosión } E_{corr} (\text{CuLR 1 AG}) = -8 \text{ mV} = -0,008 \text{ V}$$

Resistencia de Polarización, CuLR 2, en agua del grifo

$$R_p (\text{CuLR 2 AG}) \approx \Delta E / \Delta i \approx 4,0 / 0,000094 = 42600 \text{ Ohm} \times \text{cm}^2$$

$$\text{Potencial de Corrosión } E_{corr} (\text{CuLR 2 AG}) = -6 \text{ mV} = -0,006 \text{ V}$$

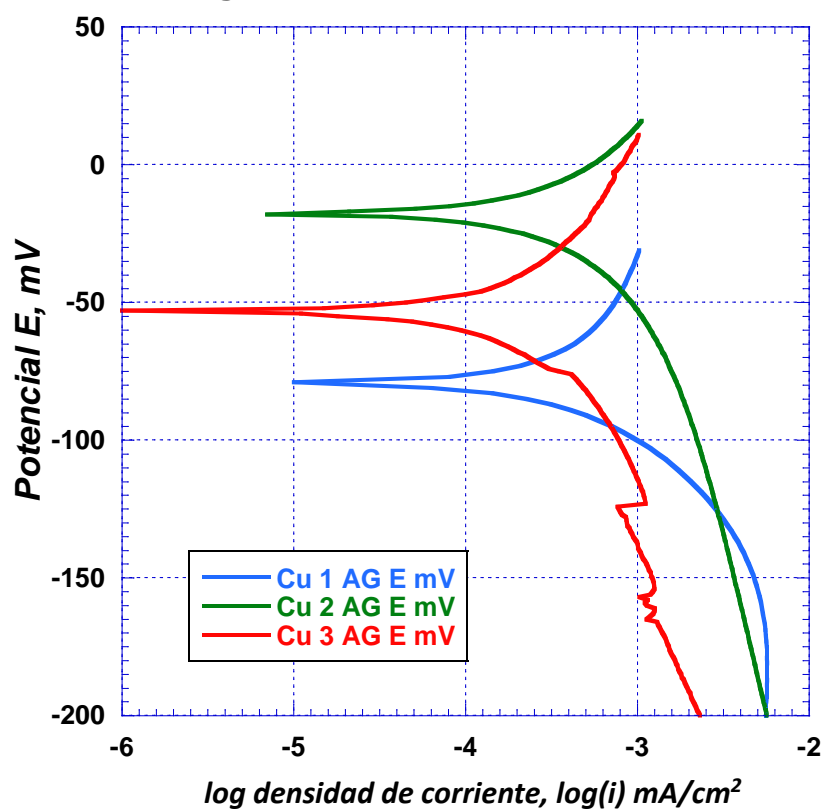
Resistencia de Polarización, CuLR 3, en agua del grifo

$$R_p (\text{CuLR 3 AG}) \approx \Delta E / \Delta i \approx 5,0 / 0,00014 = 36200 \text{ Ohm} \times \text{cm}^2$$

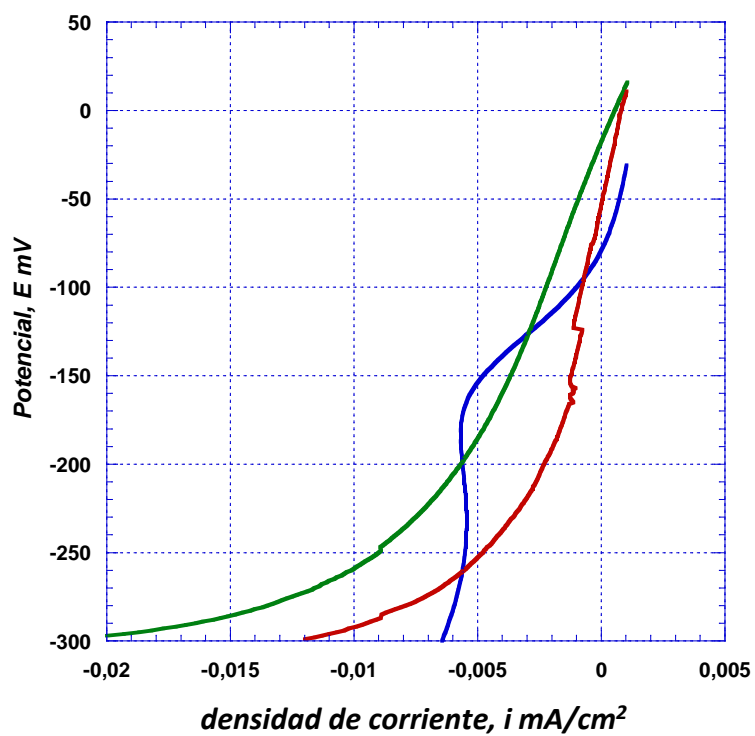
$$\text{Potencial de Corrosión } E_{corr} (\text{CuLR 3 AG}) = -27 \text{ mV} = -0,027 \text{ V}$$

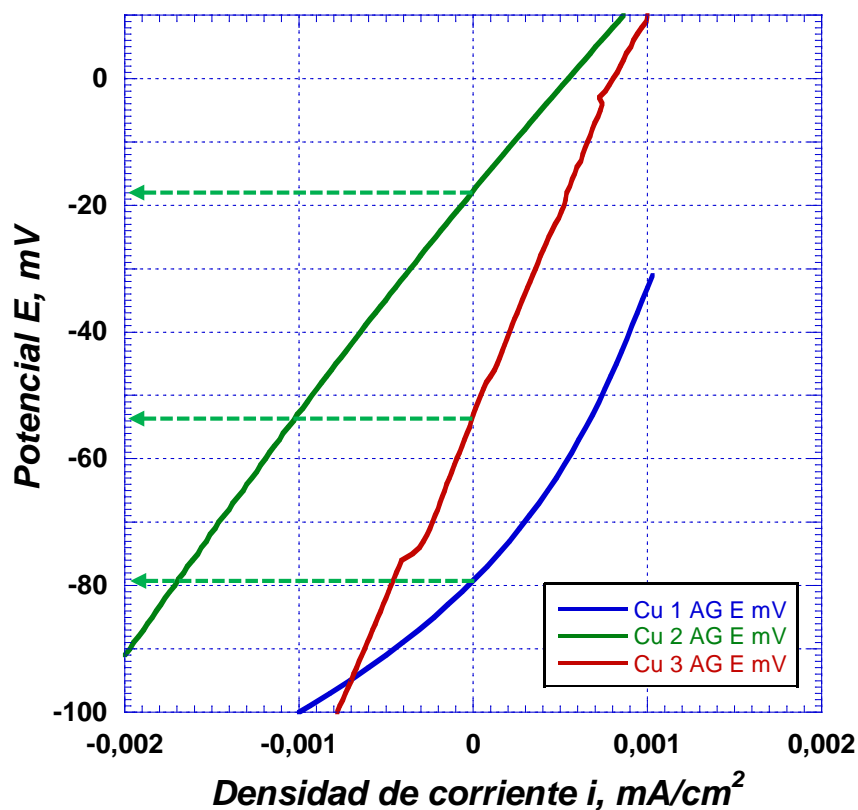
Extrapolación de Tafel

Cobre en Agua del Grifo, Curvas de Polarización



Cobre, Agua del Grifo



Resistencia de Polarización

Resistencia de Polarización, Cu 1, en agua del grifo

R_p (Cu 1 AG) $\approx \Delta E / \Delta i \approx 4,0 / 0,000142 \approx 28200 \text{ Ohm} \times \text{cm}^2$

Potencial de Corrosión E_{corr} (Cu 1 AG) = -79 mV = -0,079 V

Resistencia de Polarización, Cu 2, en agua del grifo

R_p (Cu 2 AG) $\approx \Delta E / \Delta i \approx 4,0 / 0,000118 \approx 33900 \text{ Ohm} \times \text{cm}^2$

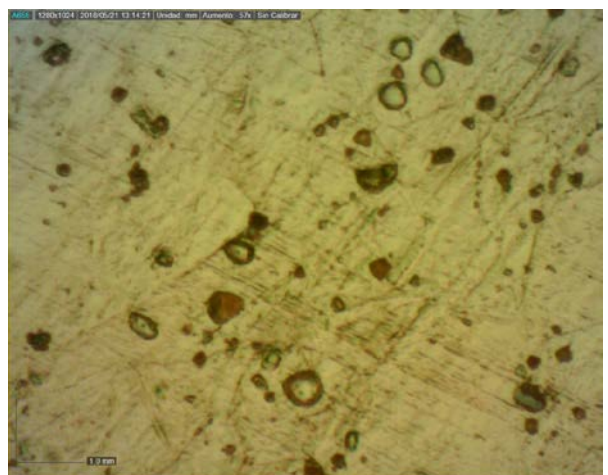
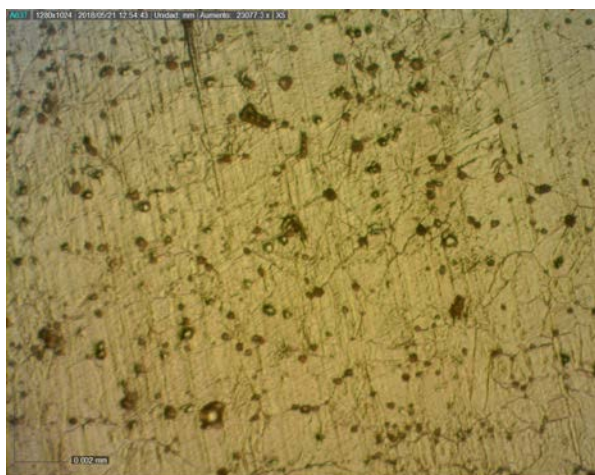
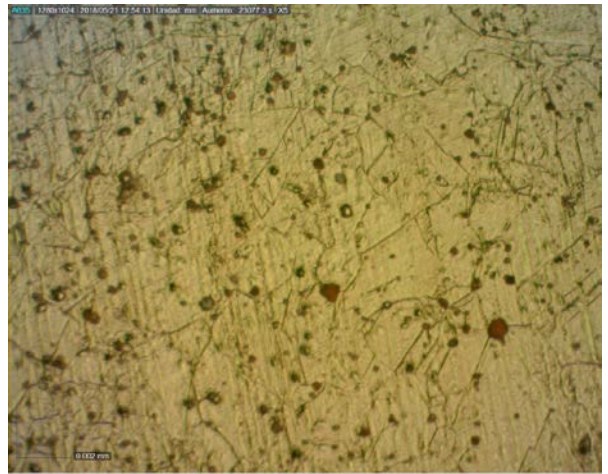
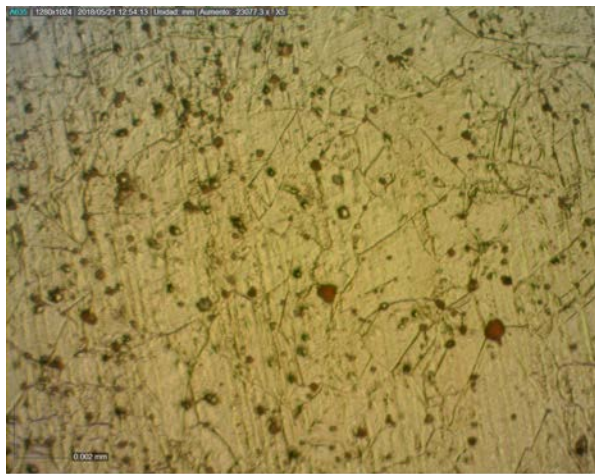
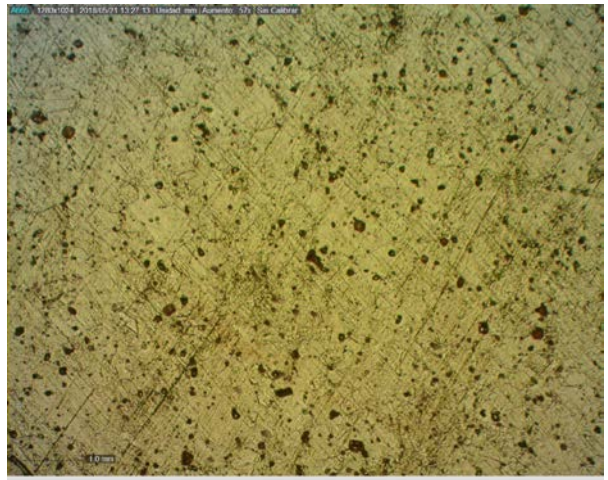
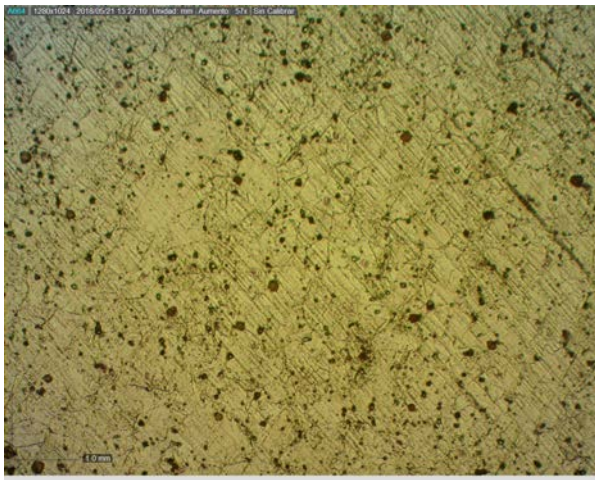
Potencial de Corrosión E_{corr} (Cu 2 AG) = -17 mV = -0,017 V

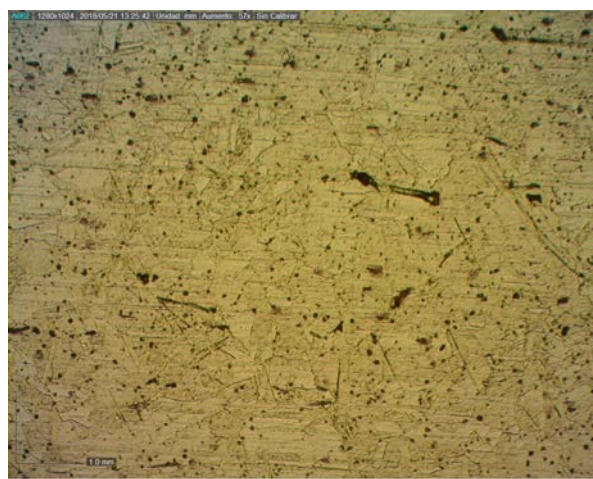
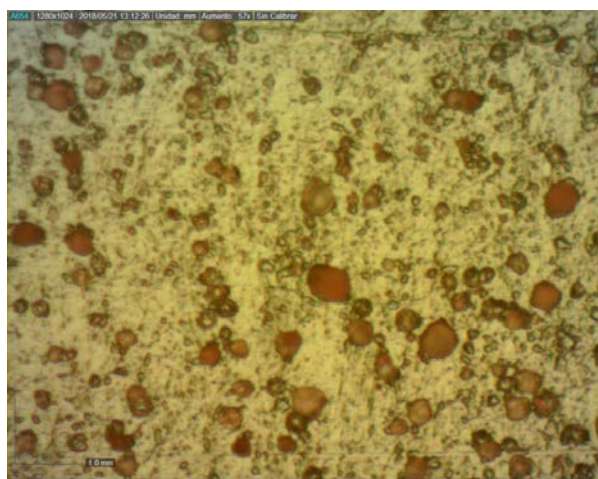
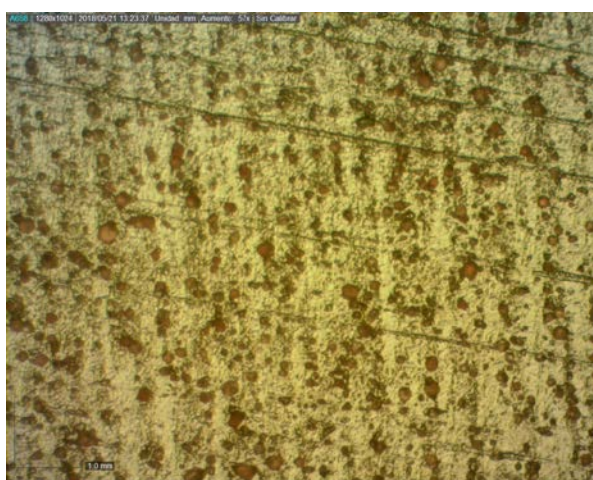
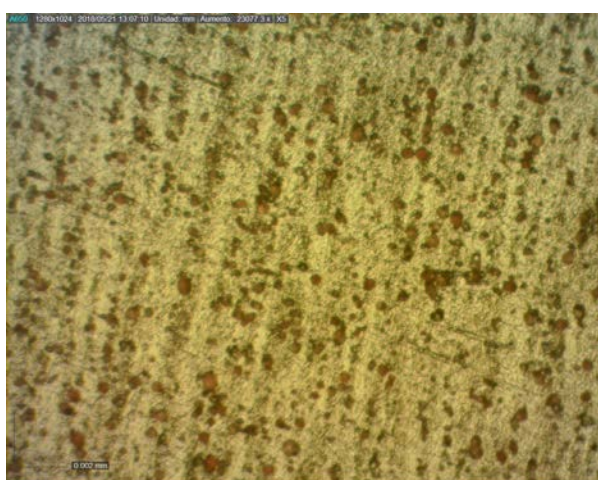
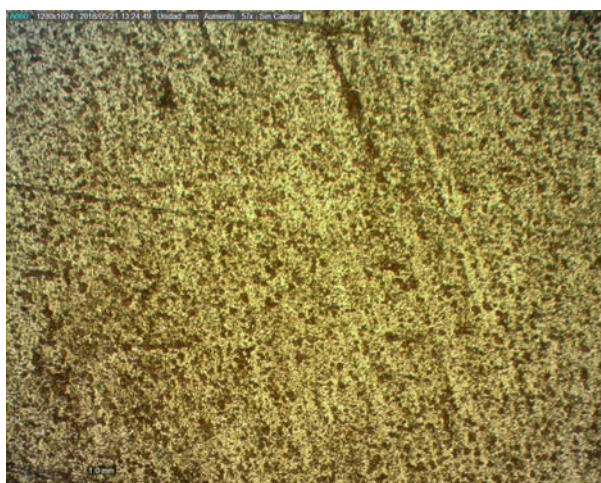
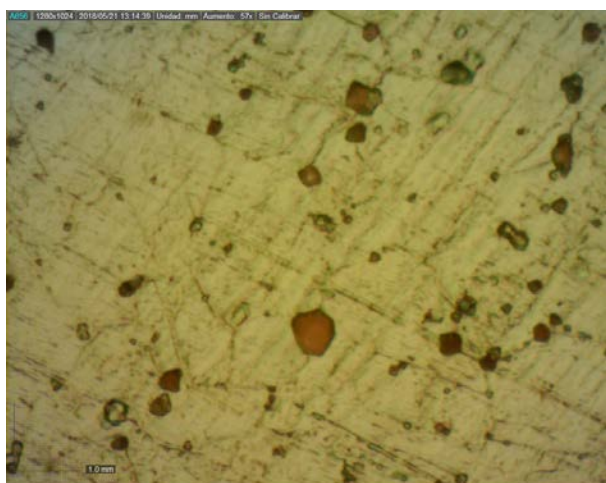
Resistencia de Polarización, Cu 3, en agua del grifo

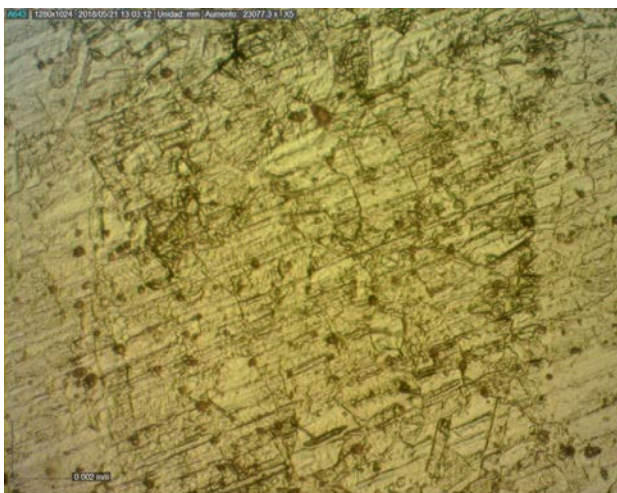
R_p (Cu 3 AG) $\approx \Delta E / \Delta i \approx 2,1 / 0,000029 \approx 72400 \text{ Ohm} \times \text{cm}^2$

Potencial de Corrosión E_{corr} (Cu 3 AG) = -53 mV = -0,053 V

Cobre: Metalografía

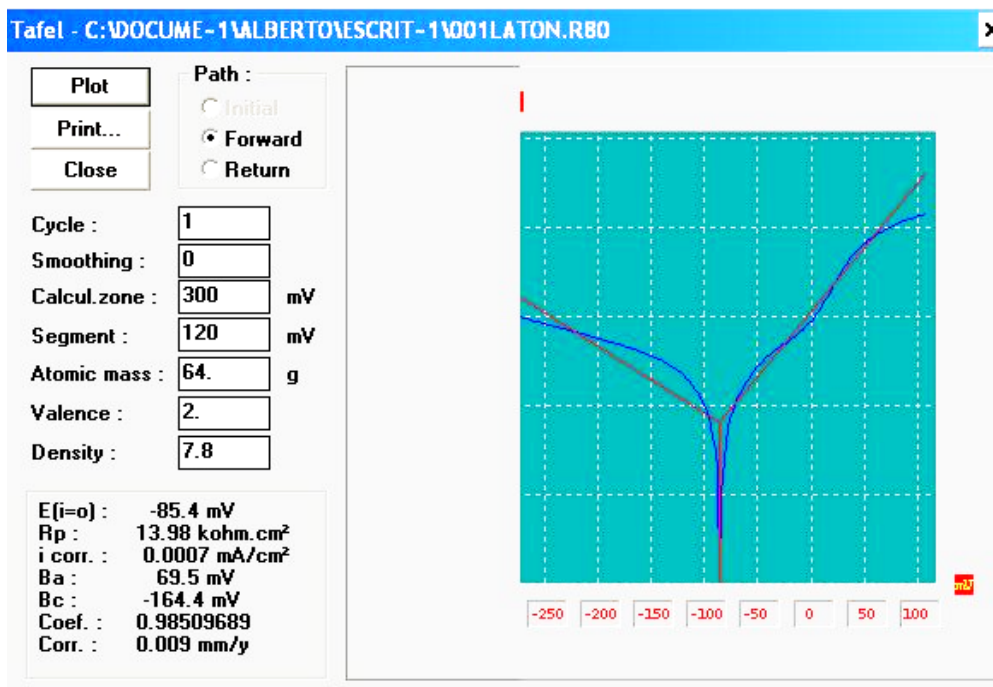




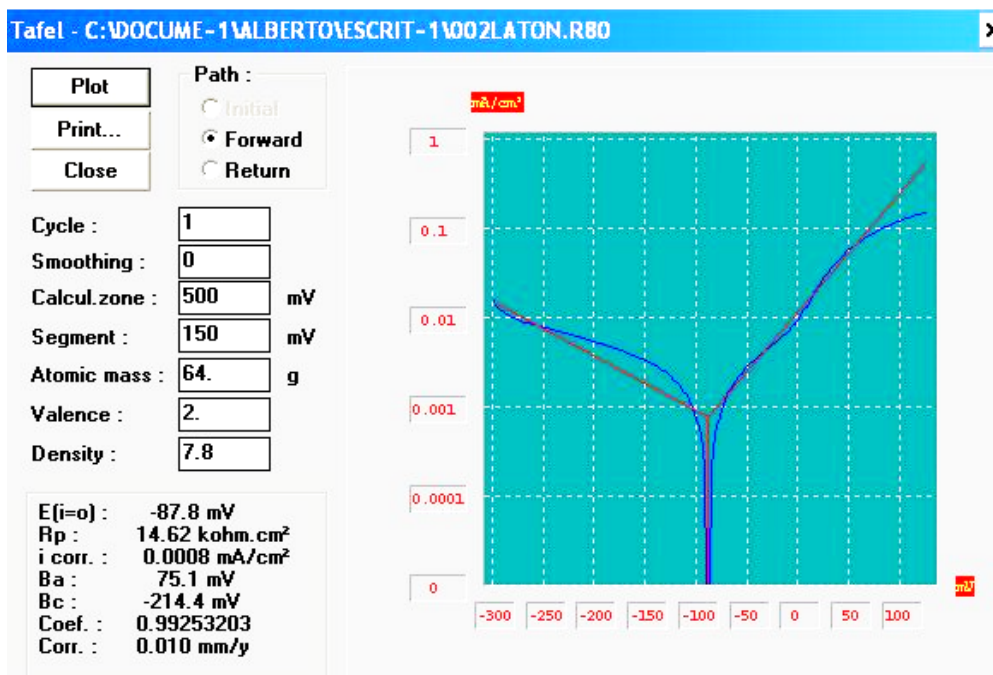


Latón. Curvas de Polarización

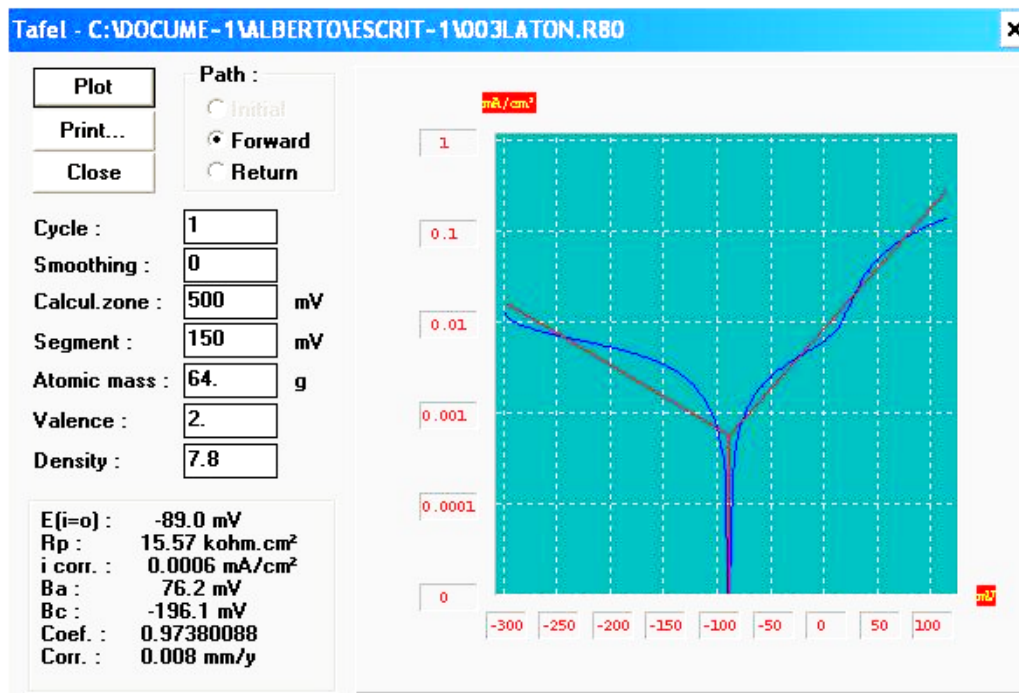
Extrapolación de Tafel: Latón, Ensayo 1



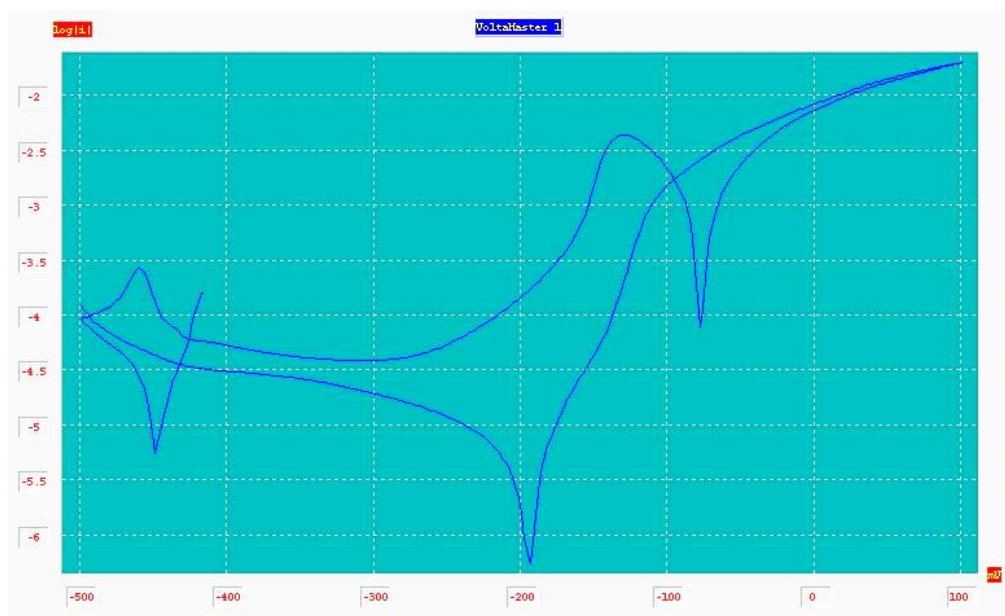
Extrapolación de Tafel: Latón, Ensayo 2



Extrapolación de Tafel: Latón, Ensayo 3



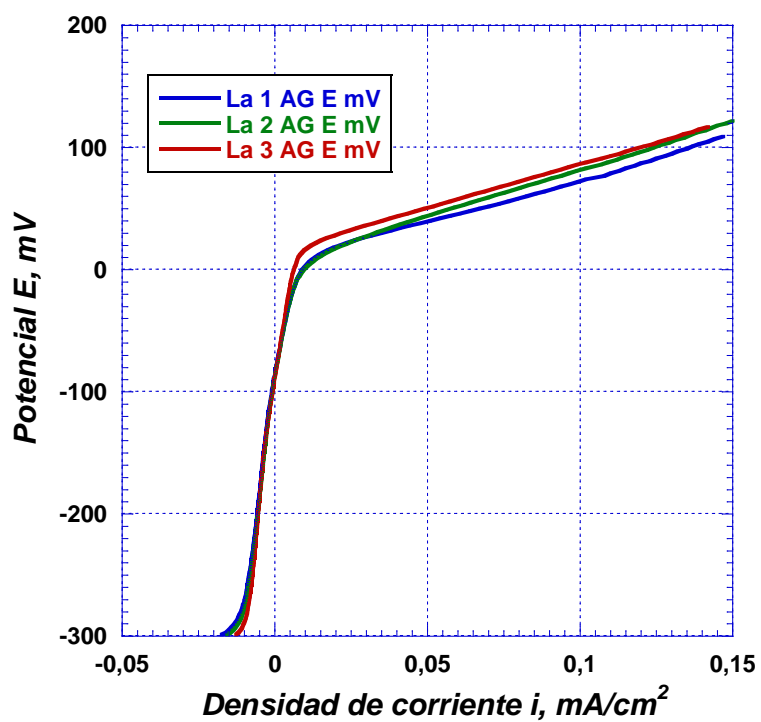
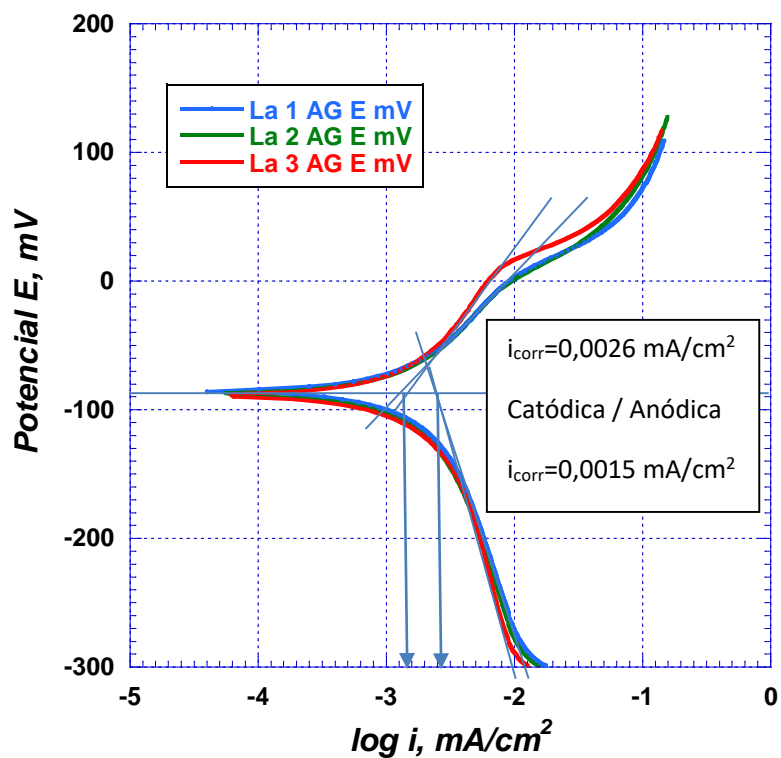
Polarización cíclica, Latón



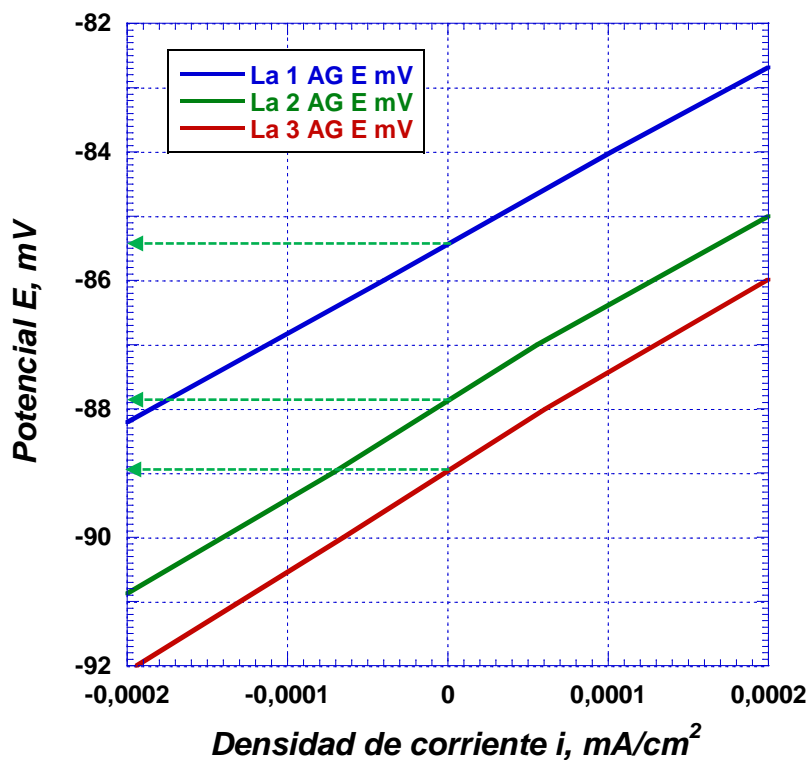
Latón: Gráficas trabajadas manualmente

Extrapolación de Tafel

Latón en Agua del Grifo, Curvas de Polarización



Resistencia de Polarización



Resistencia de Polarización, Latón 1, en agua del grifo

R_p (La1 AG) $\approx \Delta E / \Delta i \approx 2,75 / 0,0002 \approx 13700 \text{ Ohm} \times \text{cm}^2$

Potencial de Corrosión E_{corr} (La1 AG) = -86 mV = -0,086 V

Resistencia de Polarización, Latón 2, en agua del grifo

R_p (La2 AG) $\approx \Delta E / \Delta i \approx 2,90 / 0,00019 \approx 15300 \text{ Ohm} \times \text{cm}^2$

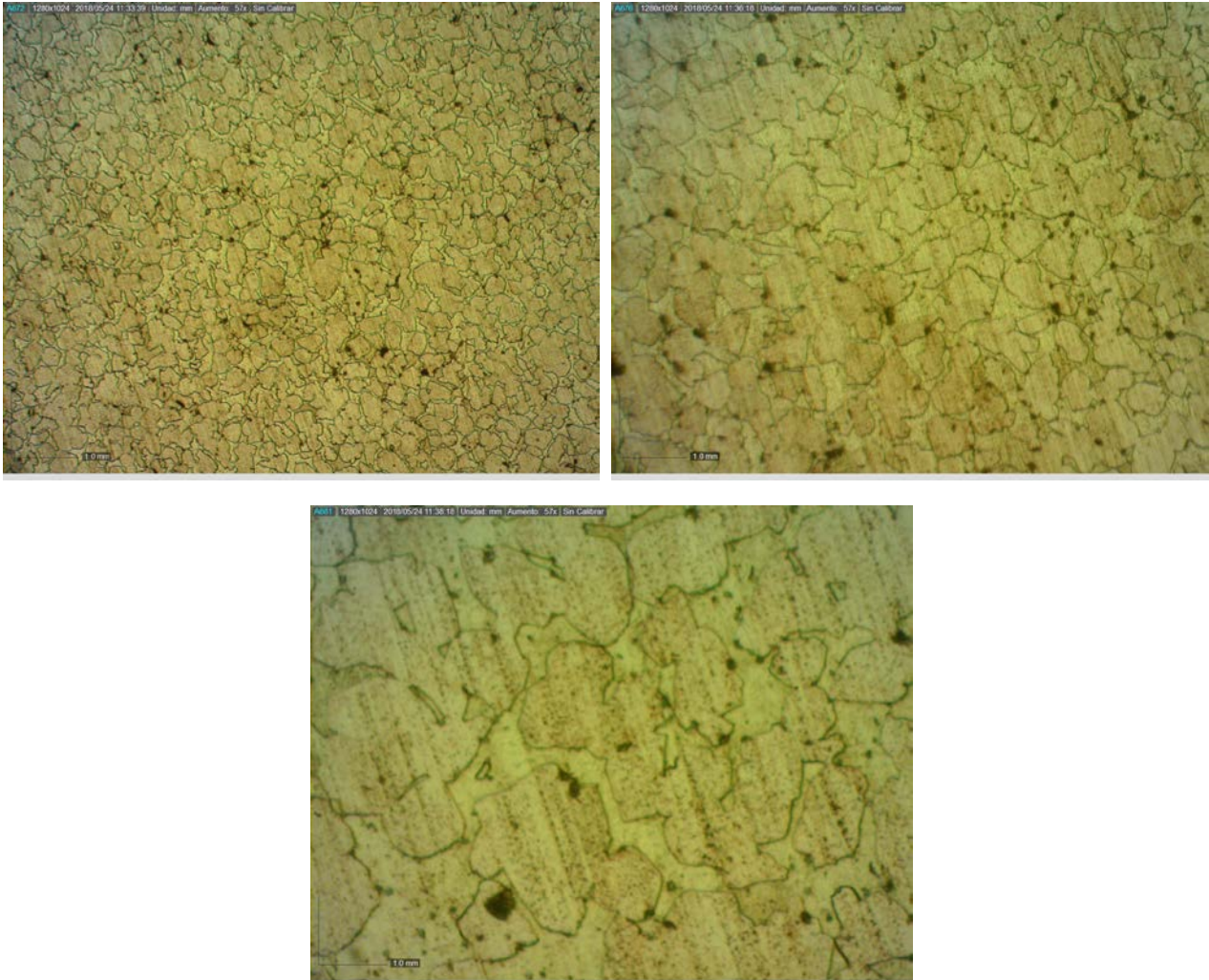
Potencial de Corrosión E_{corr} (La2 AG) = -88 mV = -0,088 V

Resistencia de Polarización, Latón 3, en agua del grifo

R_p (La3 AG) $\approx \Delta E / \Delta i \approx 3,0 / 0,00019 \approx 15800 \text{ Ohm} \times \text{cm}^2$

Potencial de Corrosión E_{corr} (La3 AG) = -89 mV = -0,089 V

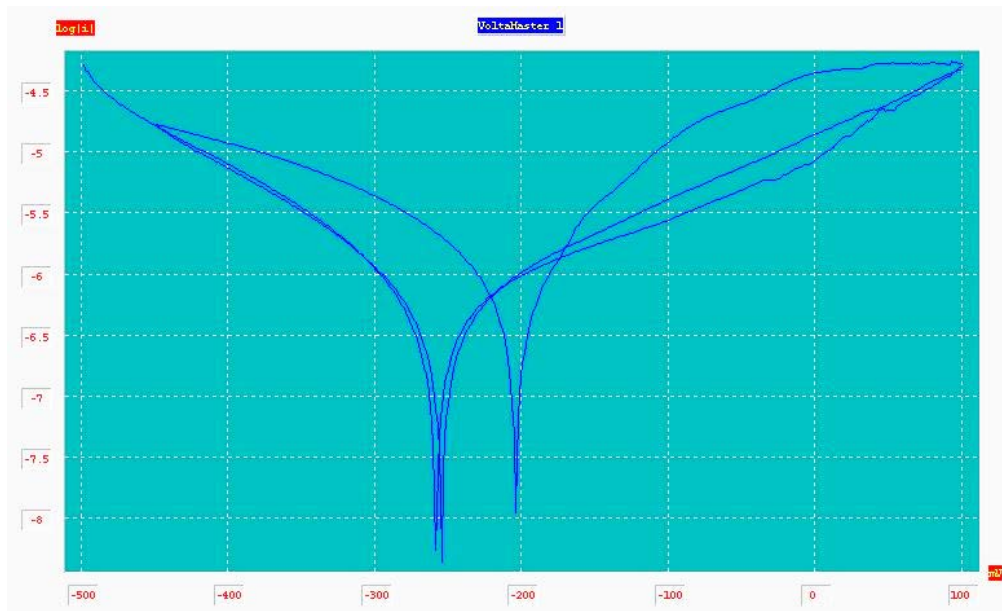
Latón: Metalografía



Este Latón muestra una microestructura de dos fases, por lo que es un latón $\alpha+\beta$. La fase alfa es de menor contenido en cinc y es muy dúctil debido a su estructura cúbica centrada en las caras (FCC); es la fase mayoritaria. La fase beta es más rica en cinc y es, generalmente, una fase ordenada, de estructura cúbica centrada en el cuerpo (BCC); la ductilidad es menor y la dureza mayor que las de la fase alfa.

Acero Inoxidable: Gráficas experimentales

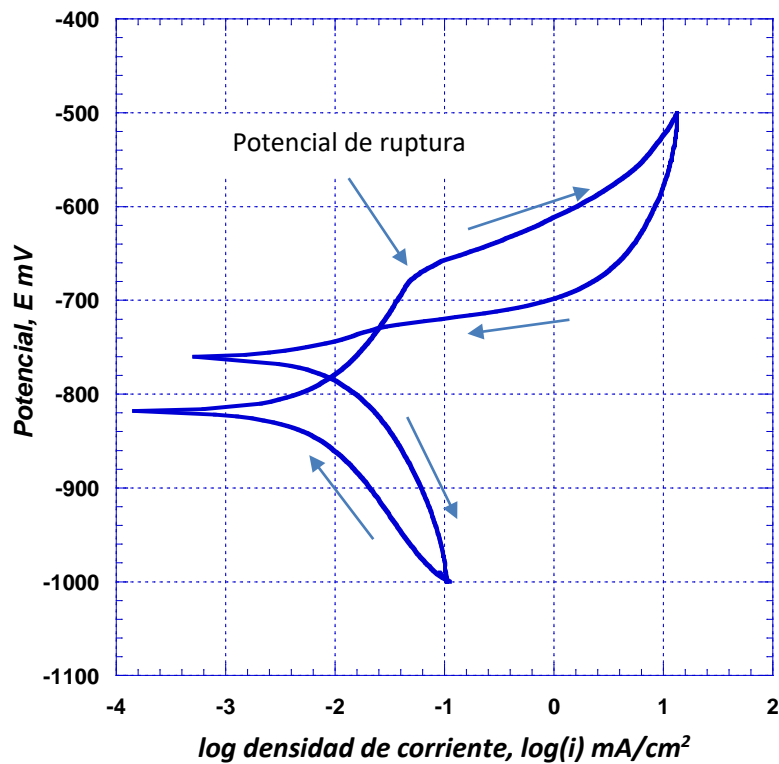
Polarización cíclica



Voltametría 1

Acero Inoxidable: Gráficas trabajadas manualmente

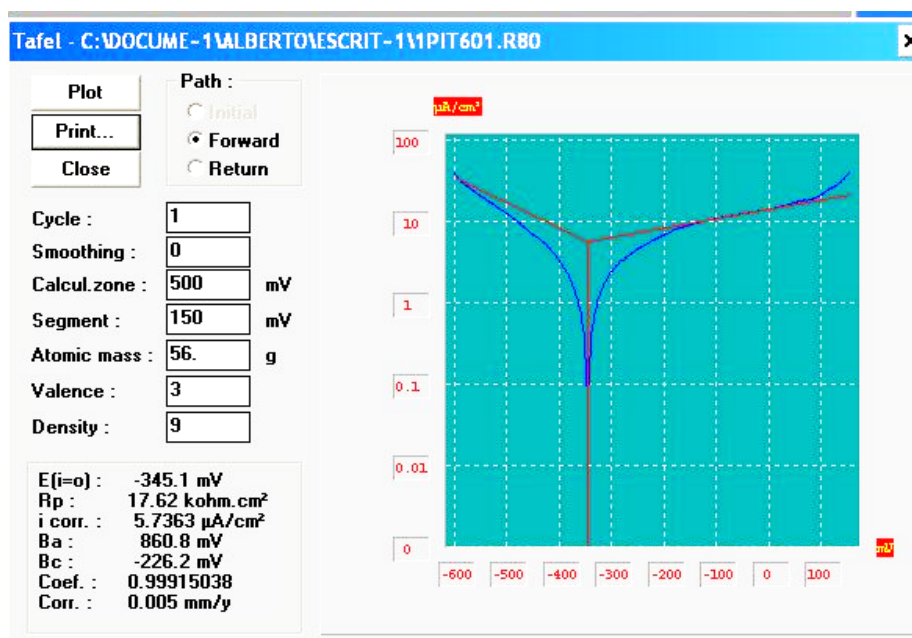
Acero Inoxidable, Agua salada, Polarización cíclica



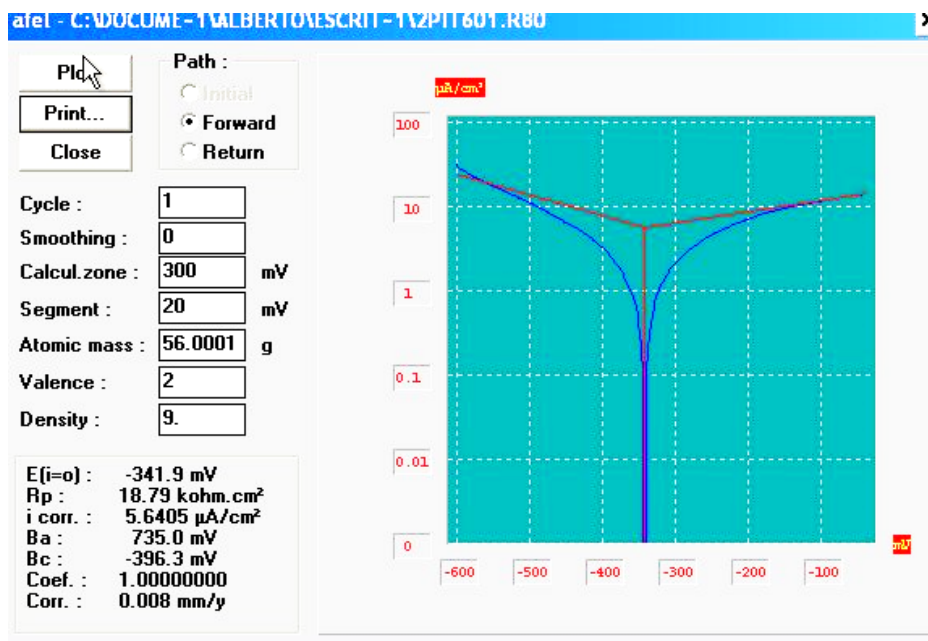
El agua salada es realmente muy agresiva con las capas de pasivación de los aceros inoxidable. En la gráfica apreciamos la ruptura de dicha capa de pasivación (indicada por la flecha) y produciéndose una cierta repasivación en el camino de vuelta. El resultado es un aumento del potencial de corrosión y un ligero aumento de la velocidad de corrosión.

Superaleación 601: Gráficas experimentales

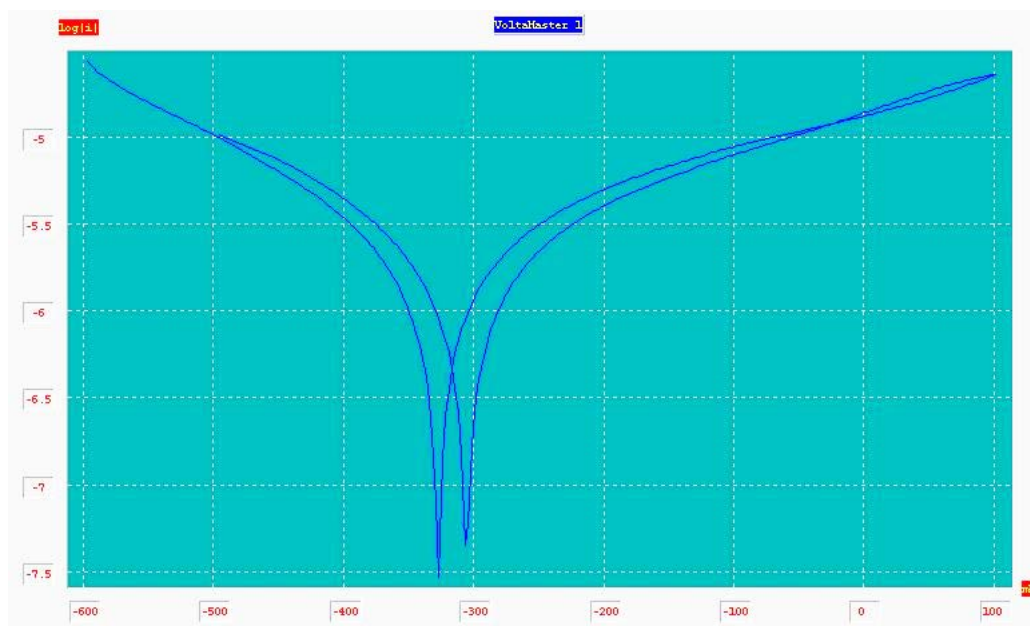
Extrapolación de Tafel: Ensayo 1



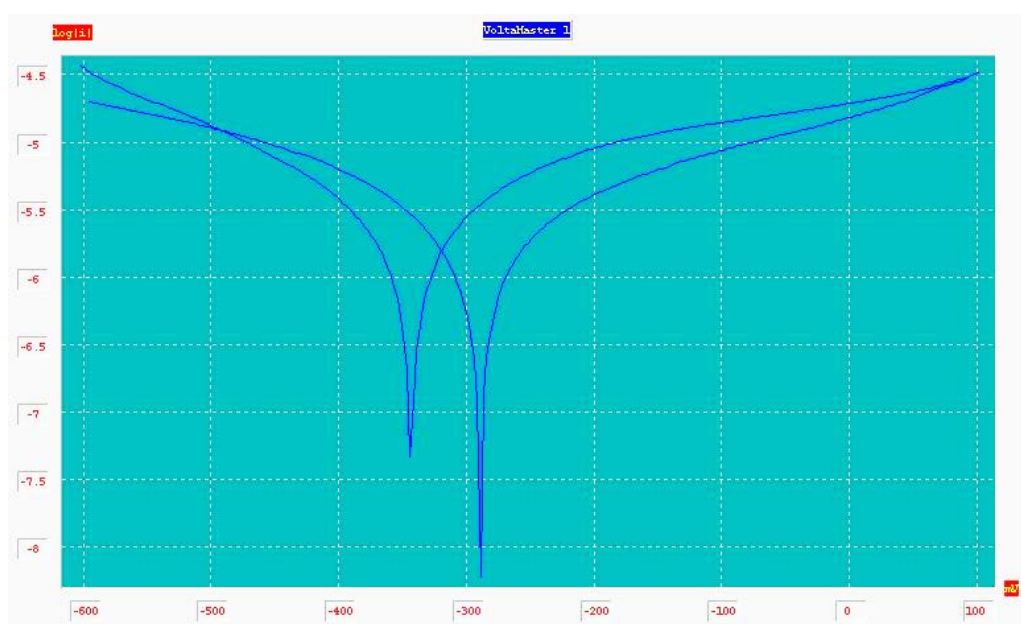
Extrapolación de Tafel: Ensayo 2



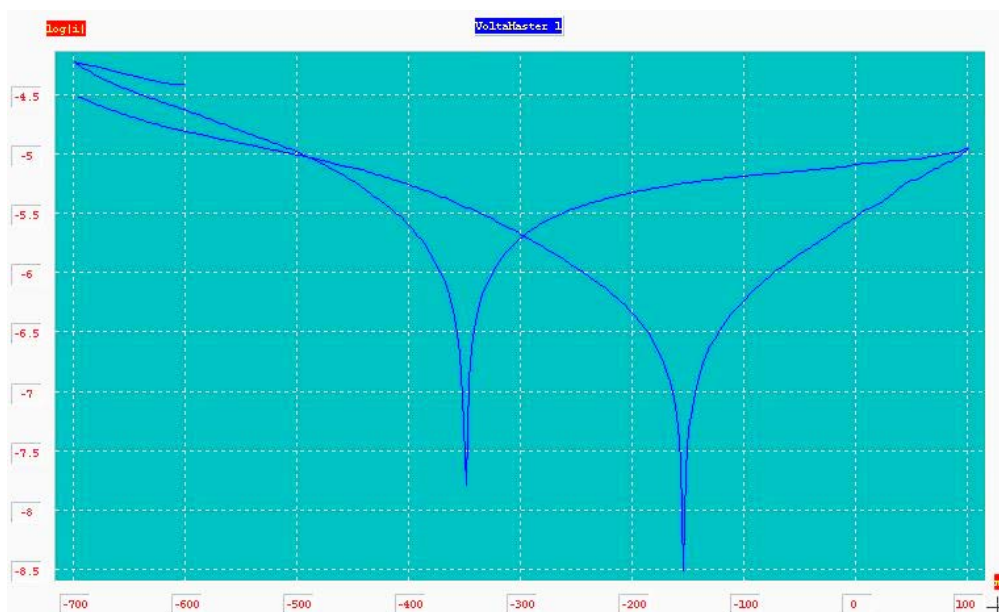
Polarización cíclica: Ensayo 1



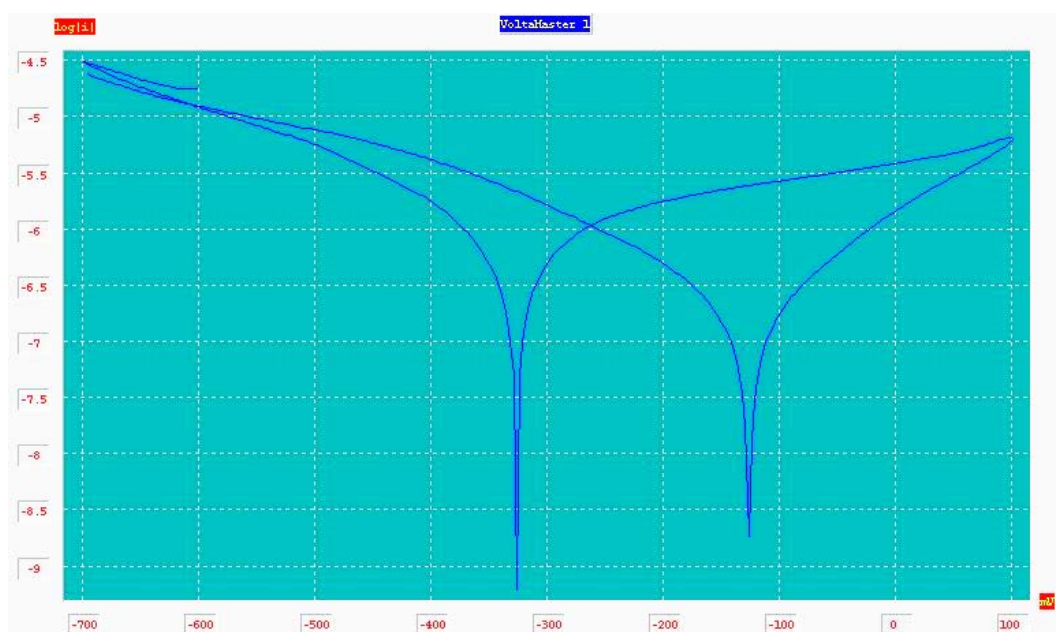
Polarización cíclica: Ensayo 2



Polarización cíclica: Ensayo 3



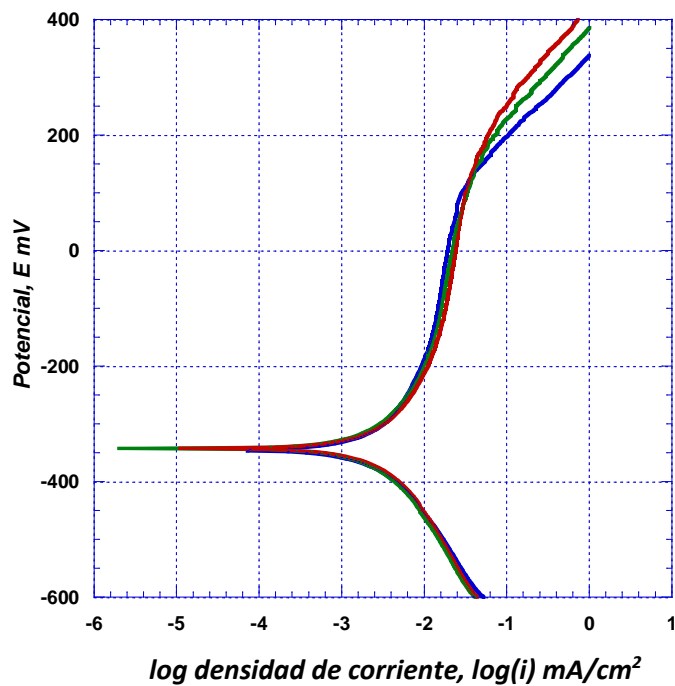
Polarización cíclica: Ensayo 4



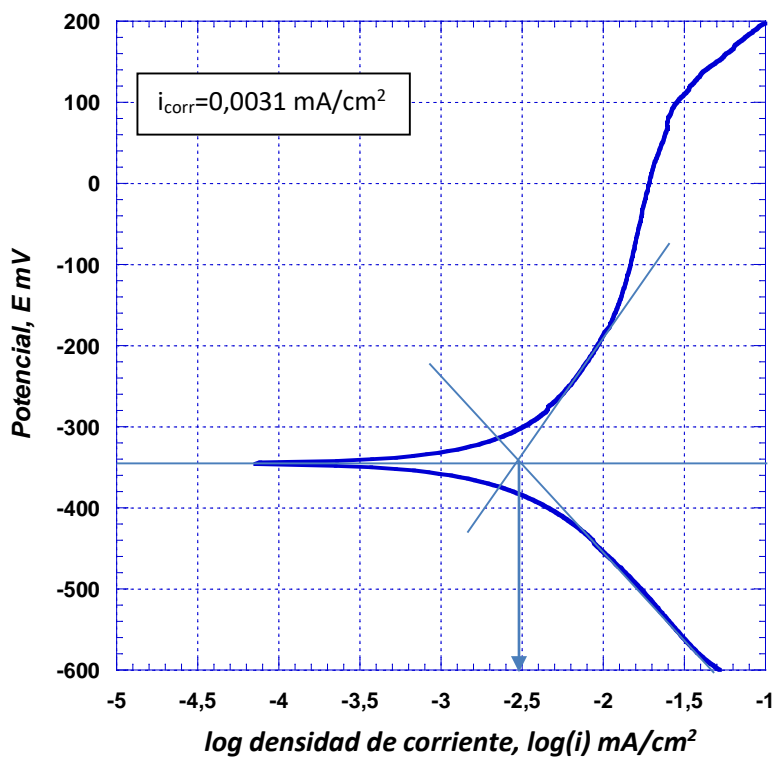
Superaeación 601: Gráficas trabajadas manualmente

Extrapolación de Tafel

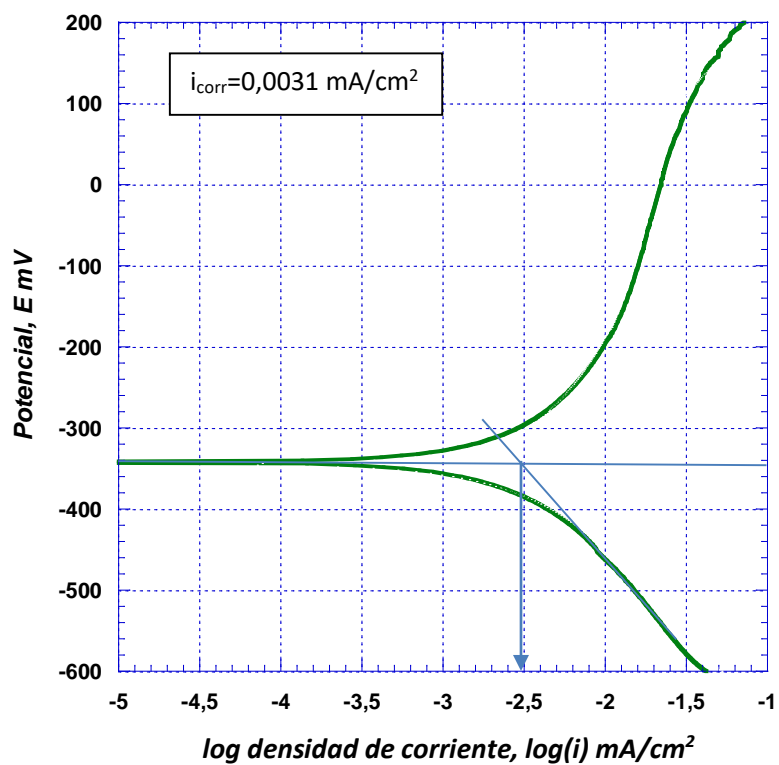
Superaeación 601, Agua salada



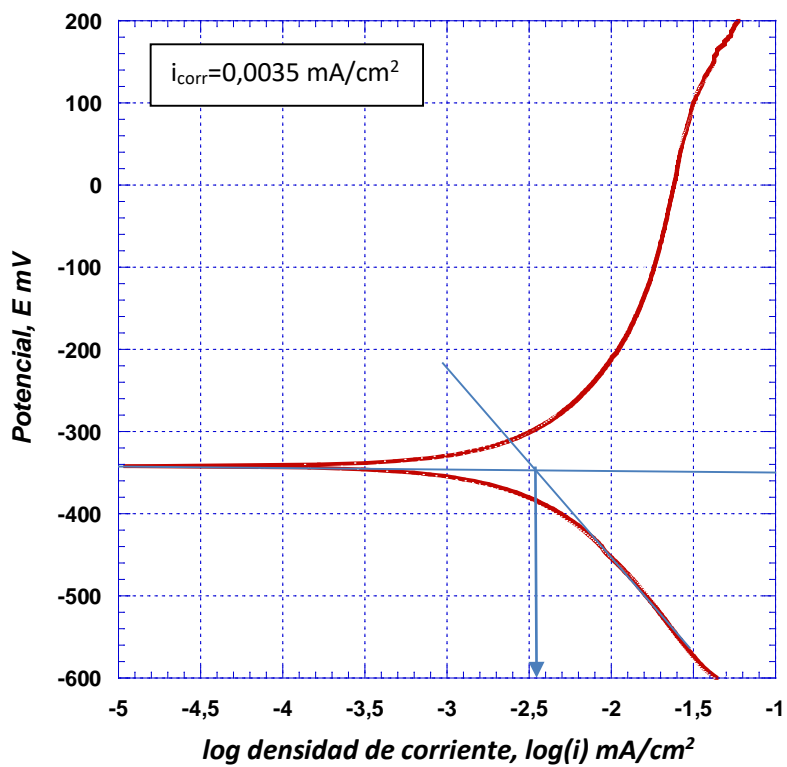
Superaeación 601, Agua salada, Ensayo 1



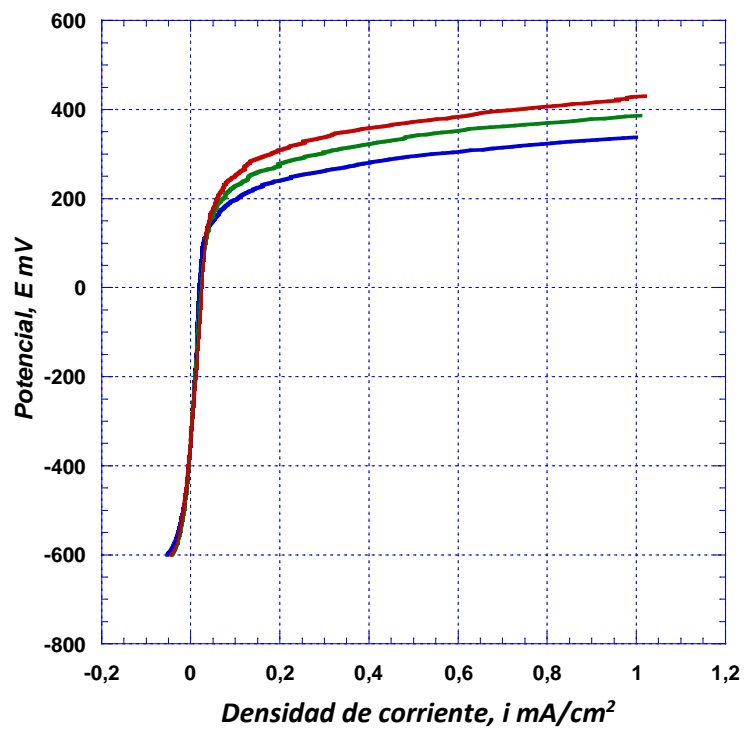
Superaleación 601, Agua salada, Ensayo 2



Superaleación 601, Agua salada, Ensayo 3

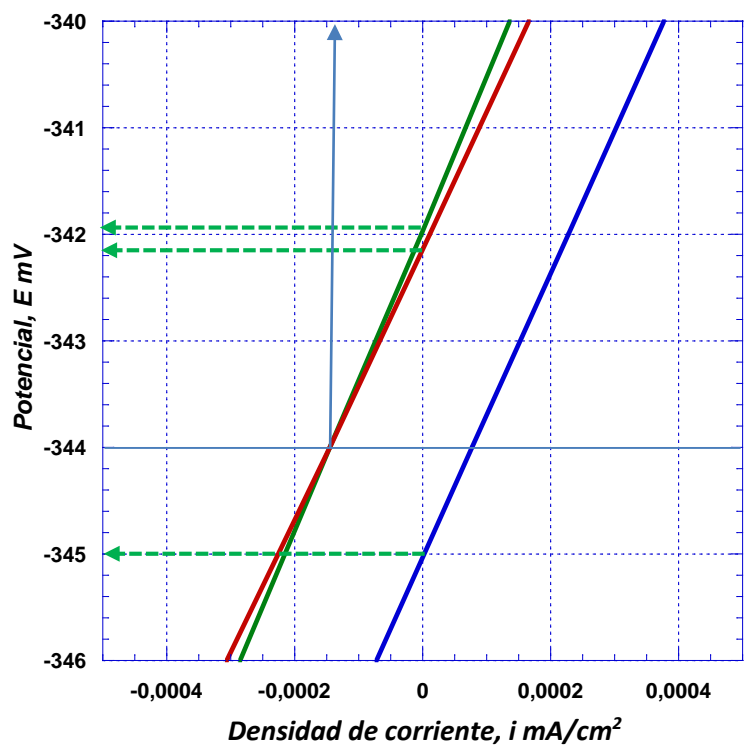


Superalación 601, Agua salada



Resistencia de Polarización

Superalación 601, Agua salada



Resistencia de Polarización, Superaelección 601 1, en agua salada

R_p (S601 1 AS) $\approx \Delta E / \Delta i \approx 2,0 / 0,00015 \approx 13300 \text{ Ohm} \times \text{cm}^2$

Potencial de Corrosión E_{corr} (S601 1 AG) = -345 mV = -0,345 V

Resistencia de Polarización, Superaelección 601 2, en agua salada

R_p (S601 2 AS) $\approx \Delta E / \Delta i \approx 4,0 / 0,00028 \approx 14300 \text{ Ohm} \times \text{cm}^2$

Potencial de Corrosión E_{corr} (S601 2 AG) = -342 mV = -0,342 V

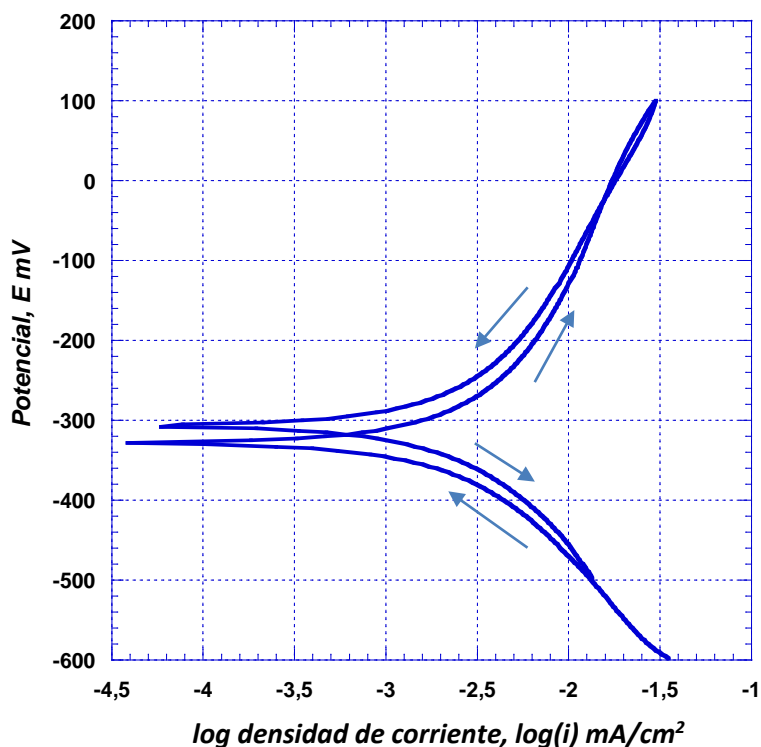
Resistencia de Polarización, Superaelección 601 3, en agua salada

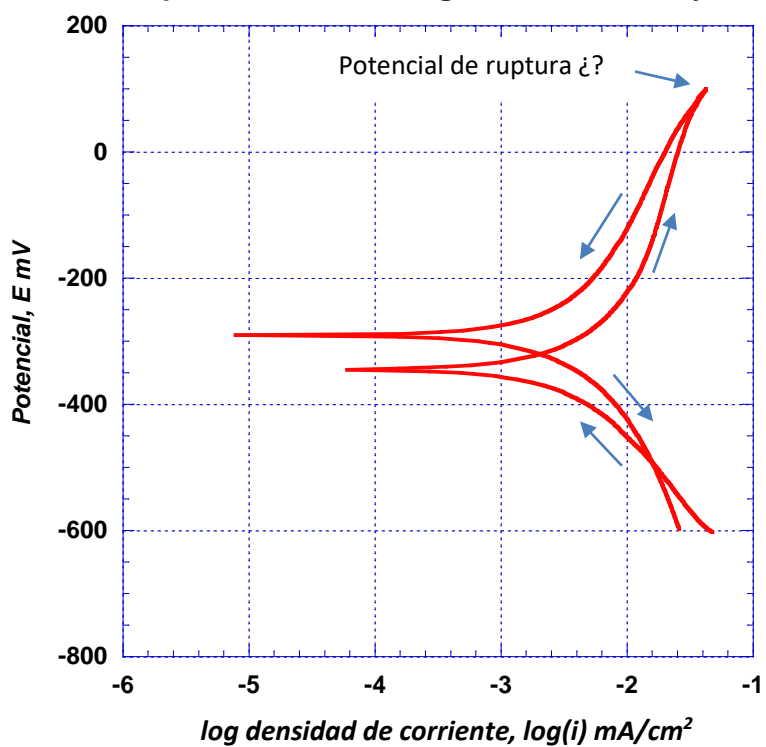
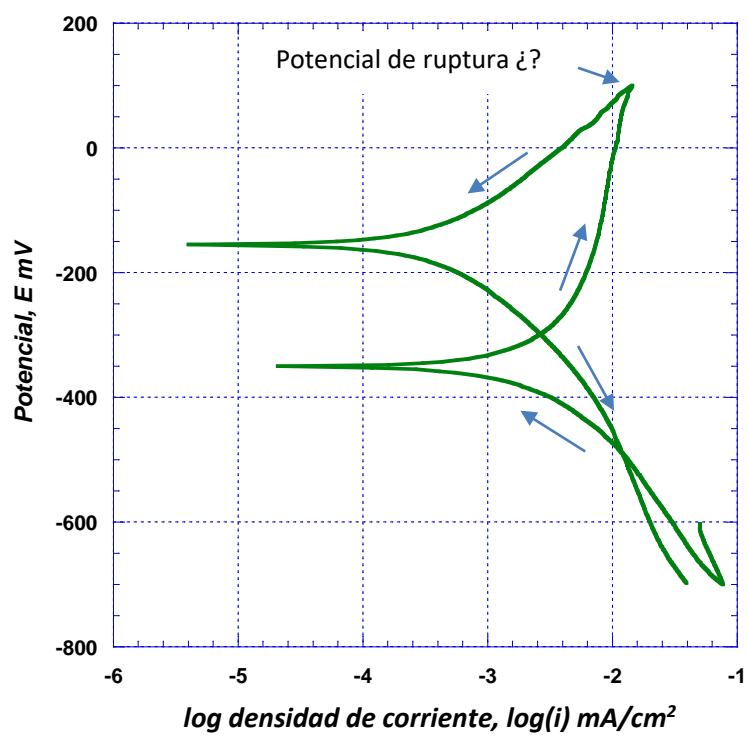
R_p (S601 3 AS) $\approx \Delta E / \Delta i \approx 4,0 / 0,00031 \approx 12900 \text{ Ohm} \times \text{cm}^2$

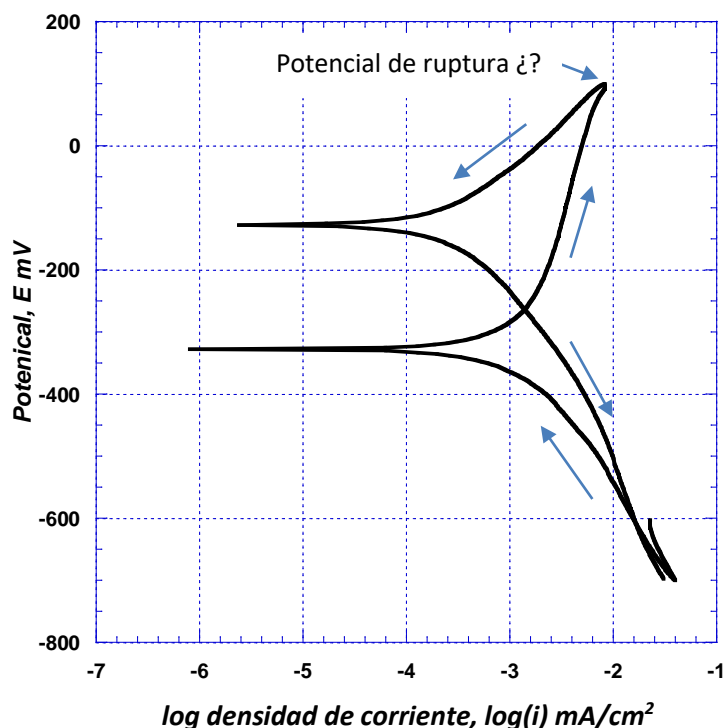
Potencial de Corrosión E_{corr} (S601 3 AG) = -342 mV = -0,342 V

Polarización cíclica

Superaelección 601, Agua salada, Ensayo 1



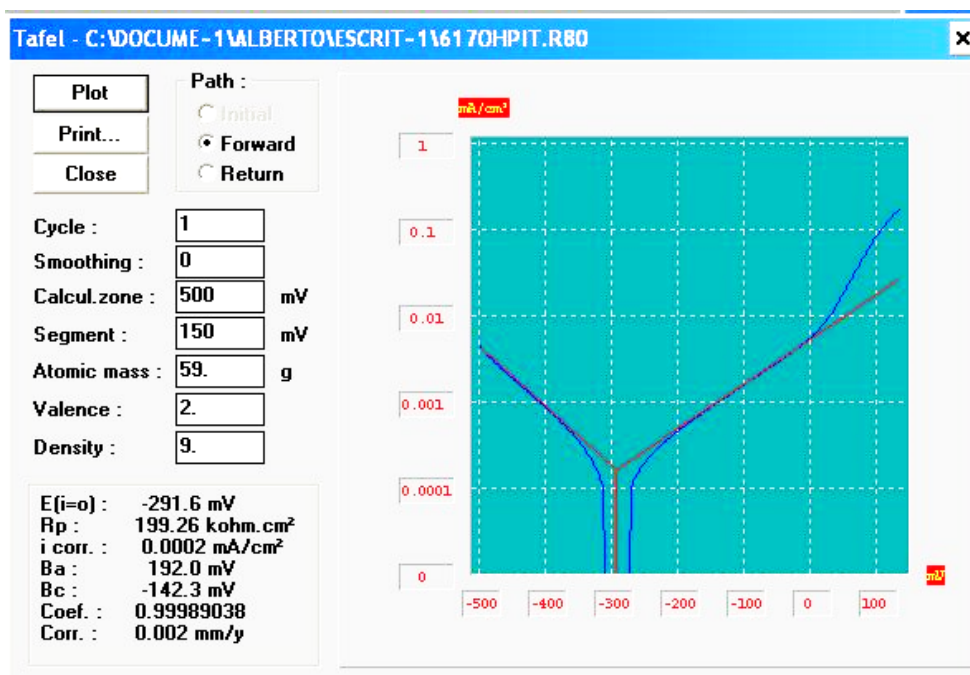
Superalación 601, Agua salada, Ensayo 2**Superalación 601, Agua salada, Ensayo 3**

Superalcación 601, Agua salada, Ensayo 4

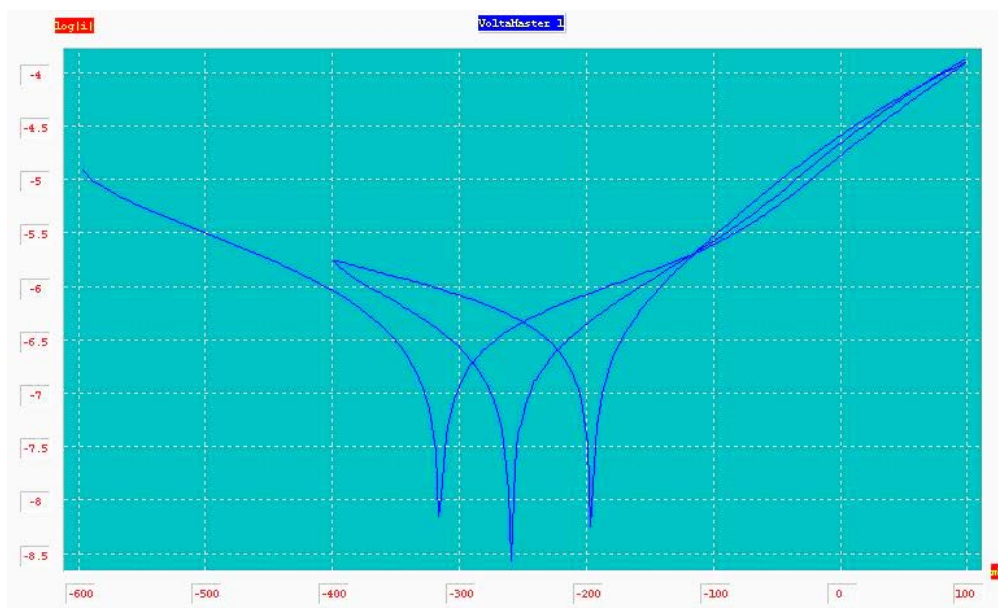
En estos ensayos no se alcanza la ruptura de la capa de pasivación (en las posiciones de las flechas parece que hay un cambio de dirección, lo que indicaría su comienzo), por lo que lo que ha ocurrido en el camino de ida es el engrosamiento de dicha capa, por lo que en la vuelta la velocidad de corrosión es más baja (más espesor de la capa de pasivación). En el ensayo 1 apenas hay cambios ni de potencial ni de velocidad de corrosión. En el ensayo 2 apreciamos un aumento del potencial y una disminución de la velocidad de corrosión. En los ensayos 3 y 4 los cambios que observamos son más fuertes, con subidas notables del potencial y clara disminución de a velocidad de corrosión.

Superaleación 617 OHM: Gráficas experimentales

Extrapolación de Tafel



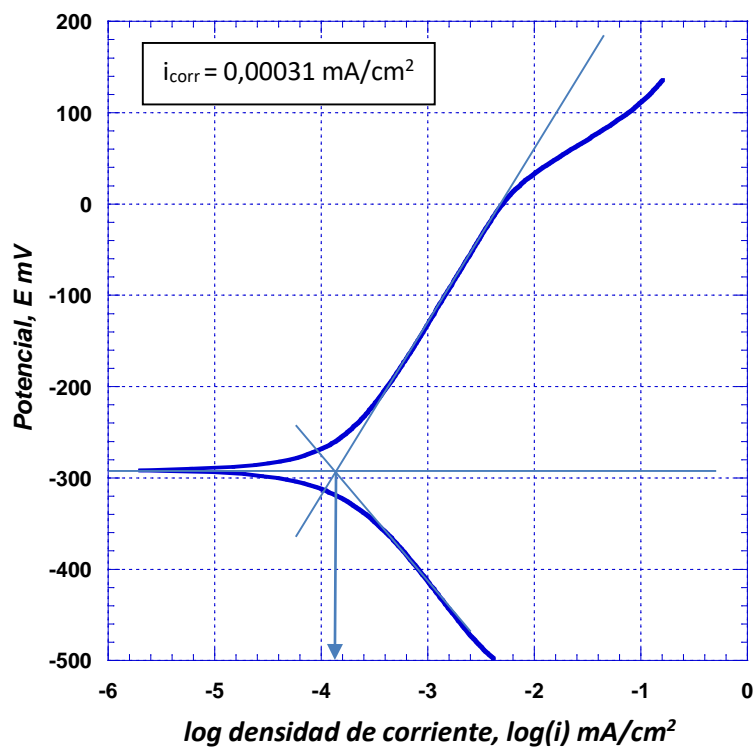
Polarización cíclica



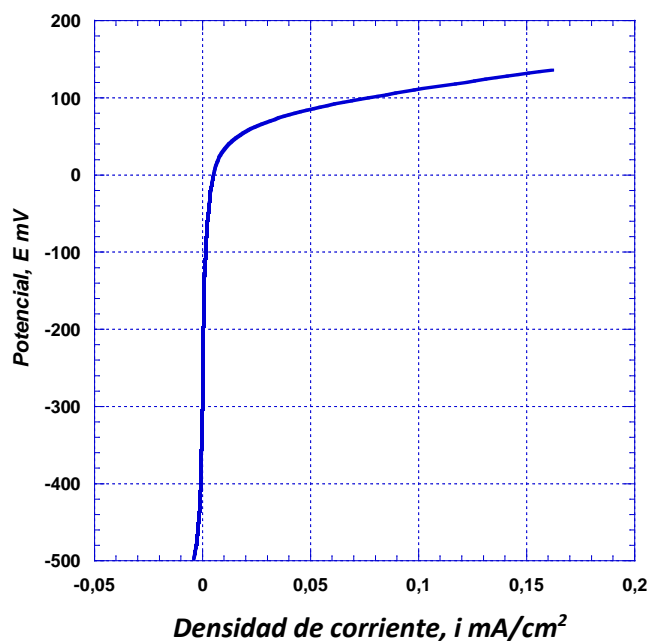
Superaelección 617 OHM: Gráficas trabajadas manualmente

Extrapolación de Tafel

Superaelección 617, Agua salada

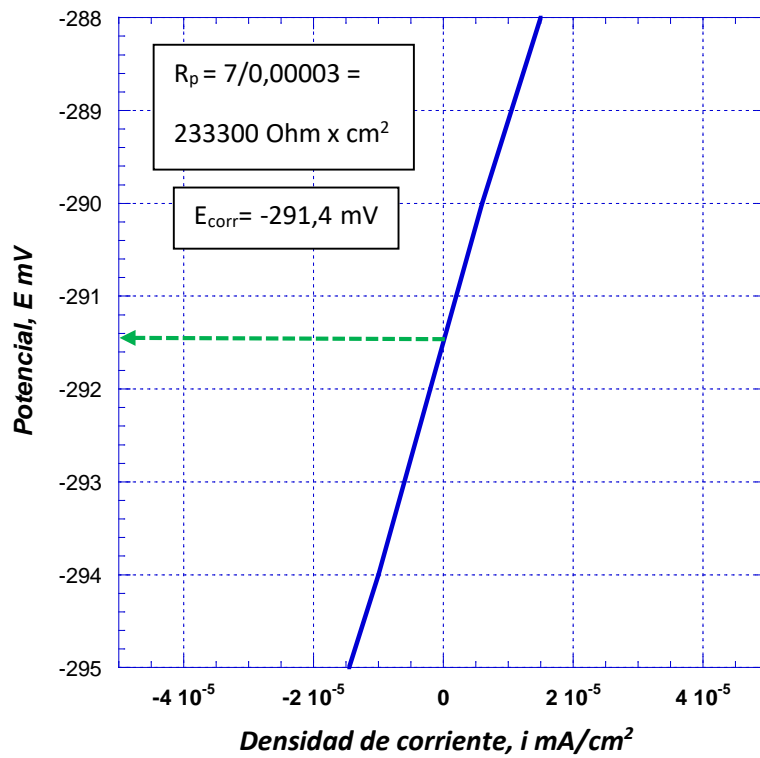


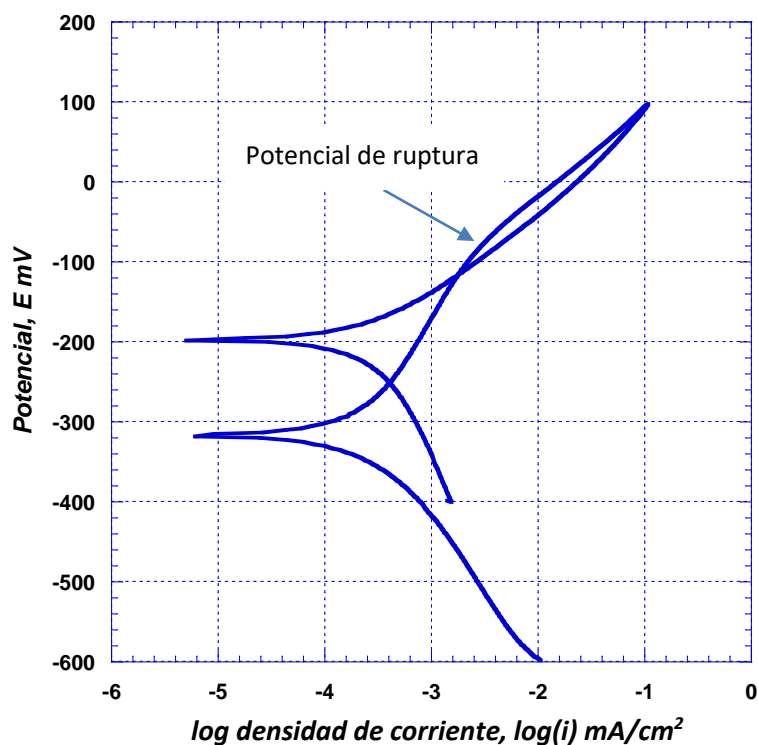
Superaelección 617 OHM, Agua salada



Resistencia de Polarización

Superaelevación 617 OHM, Agua salada



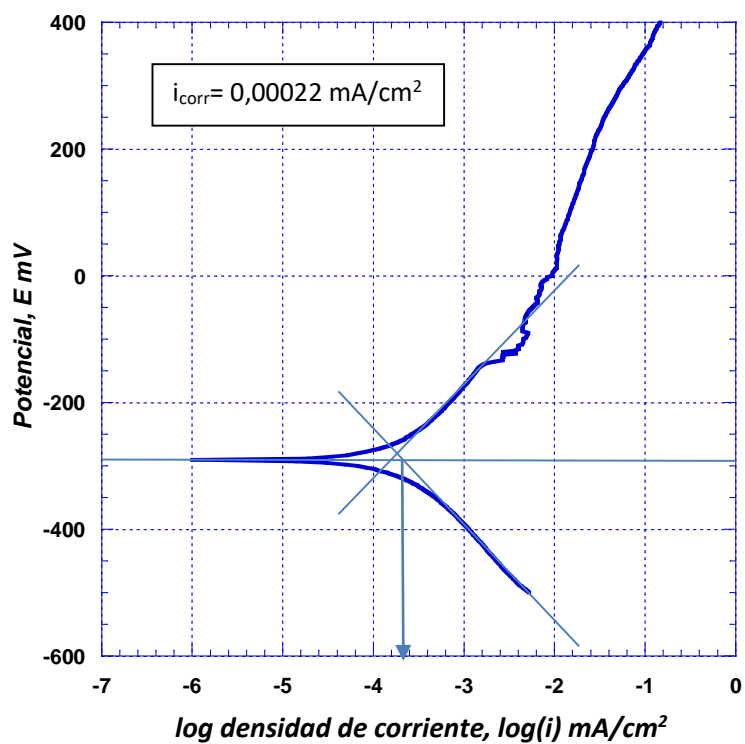
Polarización cíclica**Superaleación 617 OHM, Agua salada**

En este ensayo se produce la ruptura de la capa de pasivación en la posición de la flecha pero en la vuelta se produce la repasivación. Las velocidades de corrosión son similares antes y después de la polarización cíclica. En esta gráfica se ha retirado la tercera curva de polarización, que sí se muestra en la gráfica experimental

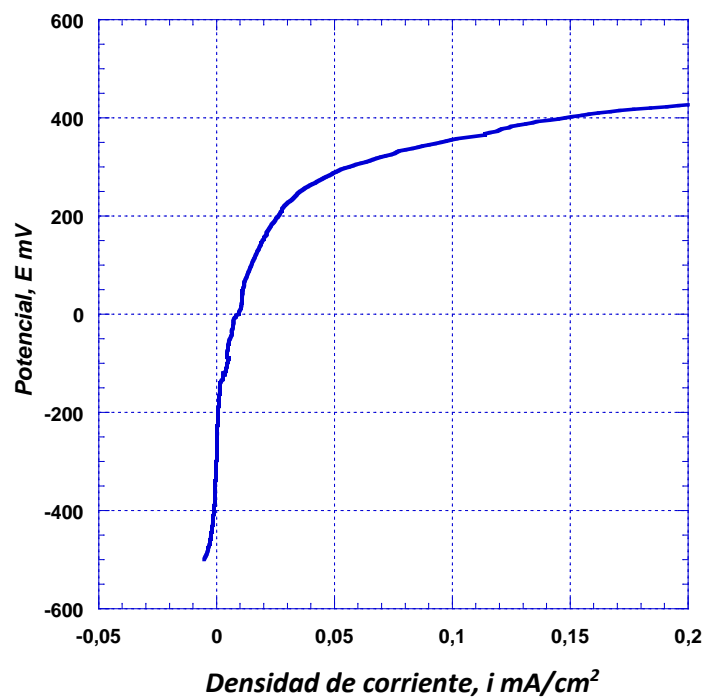
Superaleación 617 SM: Gráficas trabajadas manualmente

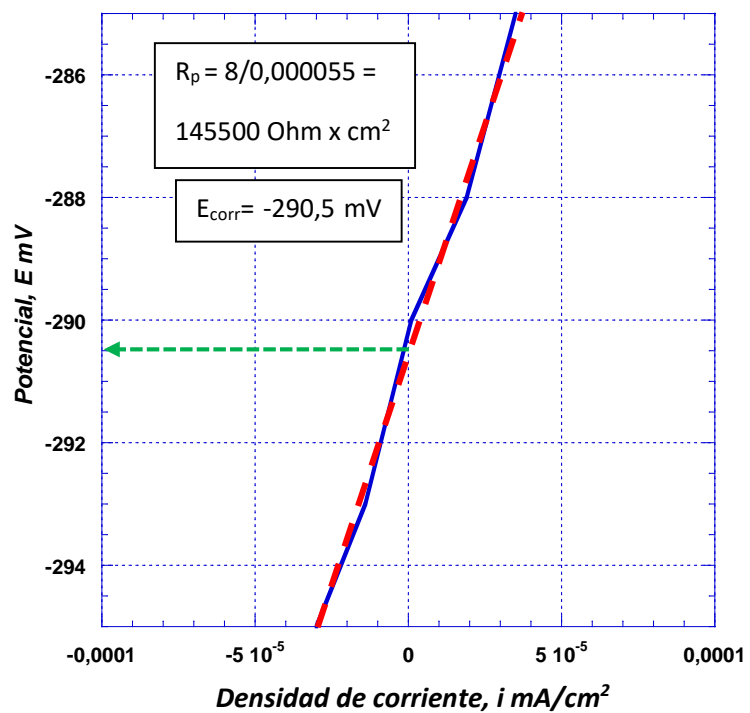
Extrapolación de Tafel

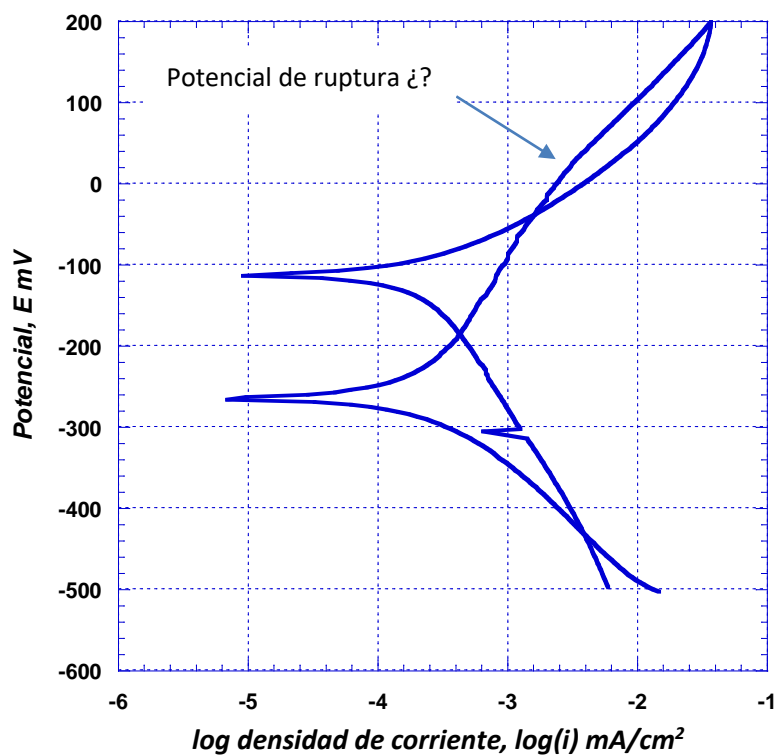
Superaleación 617 SM, Agua salada



Superaleación 617 SM, Agua salada



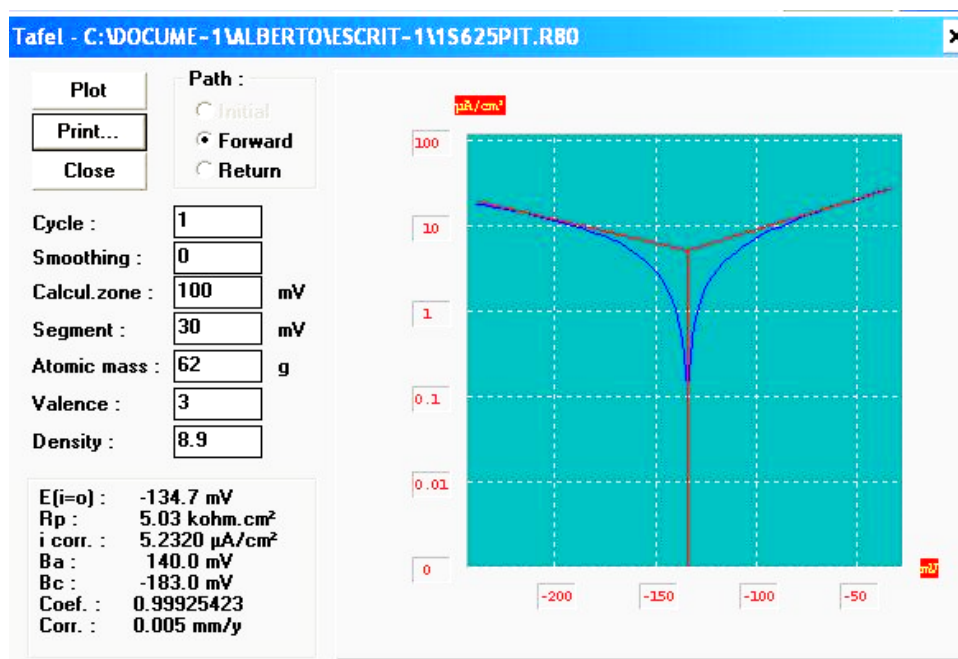
Resistencia de Polarización**Superaelevación 617 SM, Agua salada**

Polarización cíclica**Superalcación 617 SM, Agua salada**

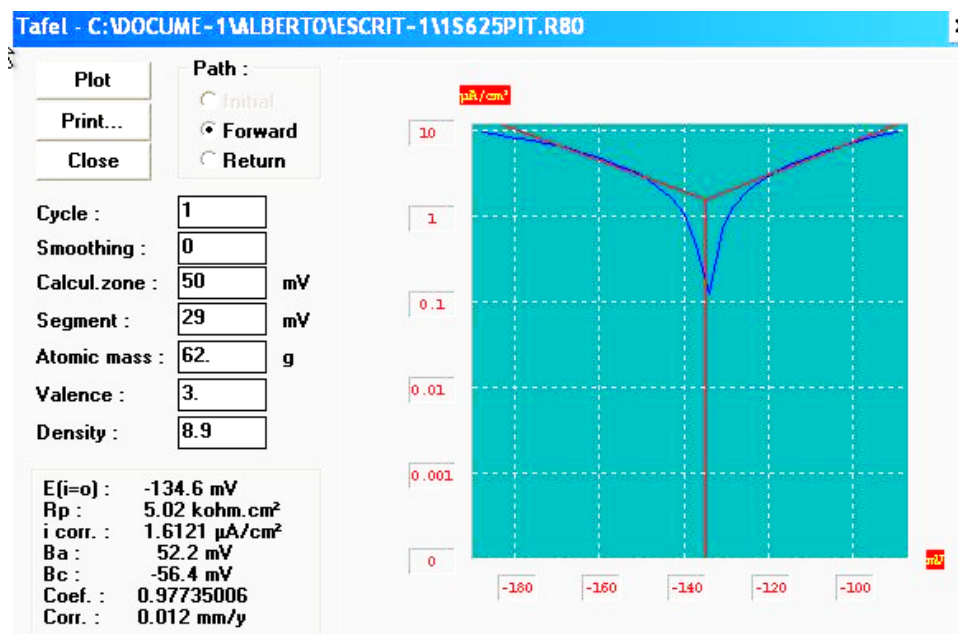
En este ensayo se produce una ligera ruptura de la capa de pasivación en la posición de la flecha, pero en la vuelta se produce la repasivación. Las velocidades de corrosión son similares antes y después de la polarización cíclica.

Superaeacion 625: Gráficas experimentales

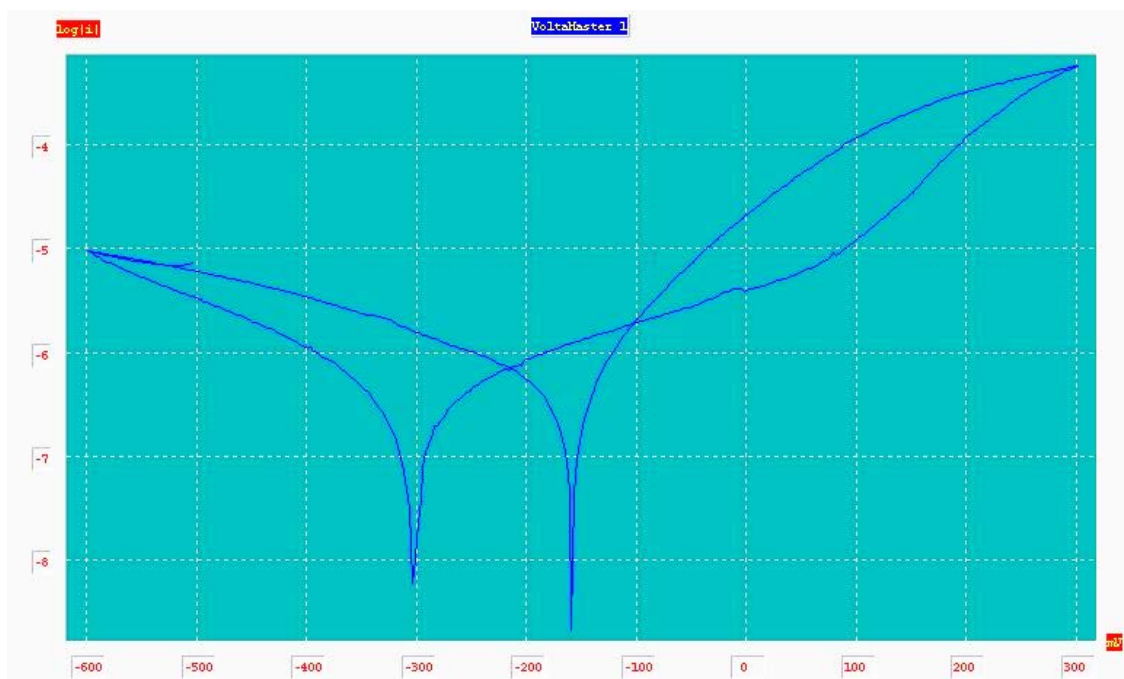
Extrapolación de Tafel



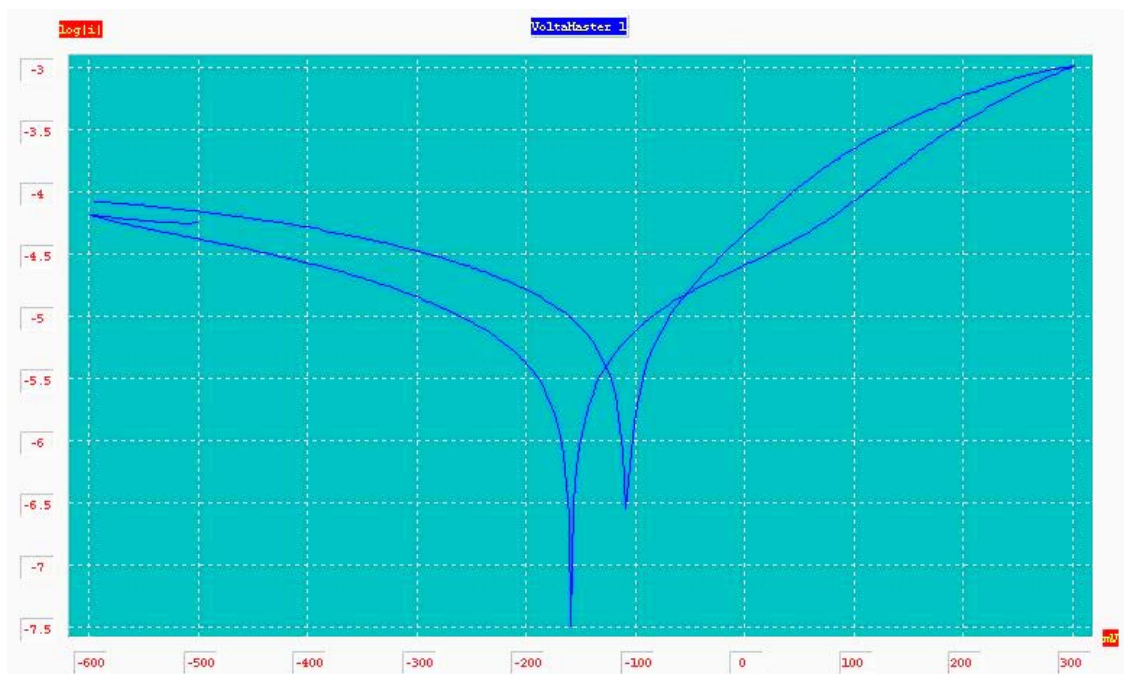
Extrapolación de Tafel



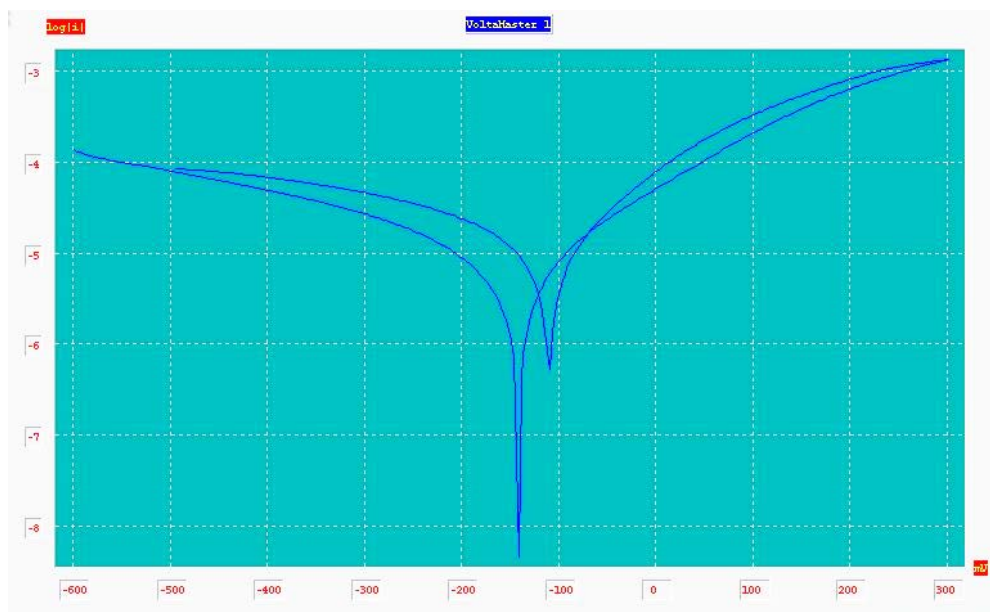
Polarización cíclica: Ensayo 1



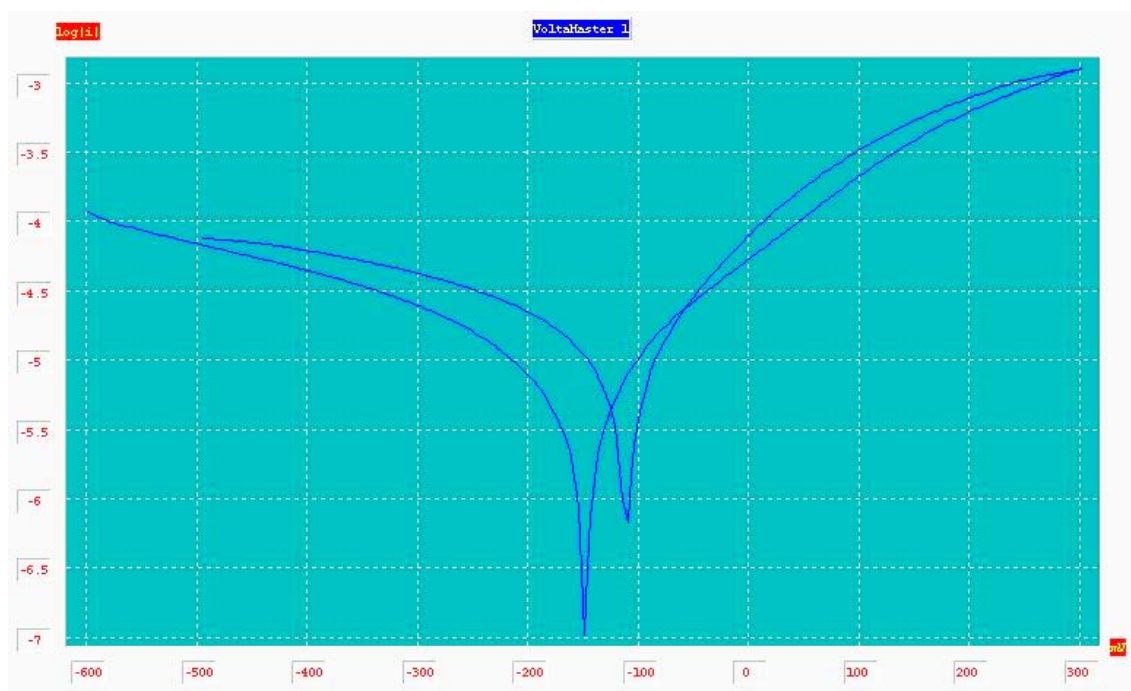
Polarización cíclica: Ensayo 2



Polarización cíclica: Ensayo 3



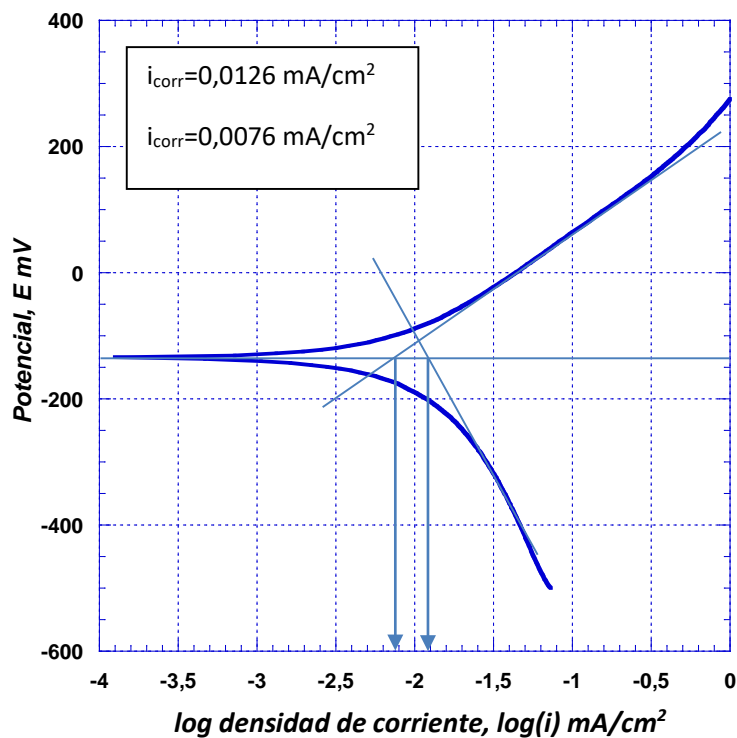
Polarización cíclica: Ensayo 4



Superaleación 625: Gráficas trabajadas manualmente

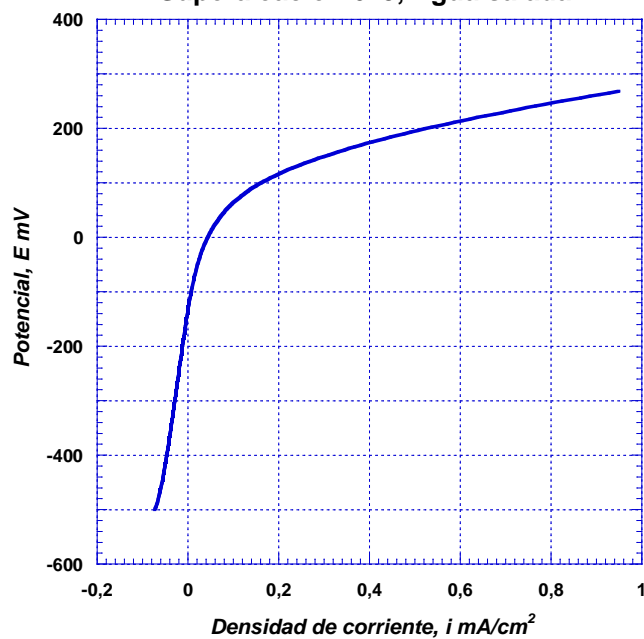
Extrapolación de Tafel

Superaleación 625, Agua salada

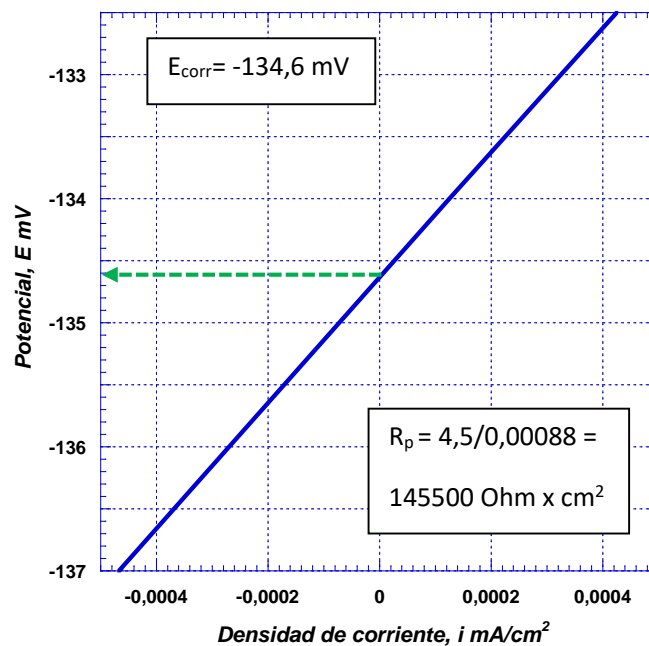


Resistencia de Polarización

Superaleación 625, Agua salada

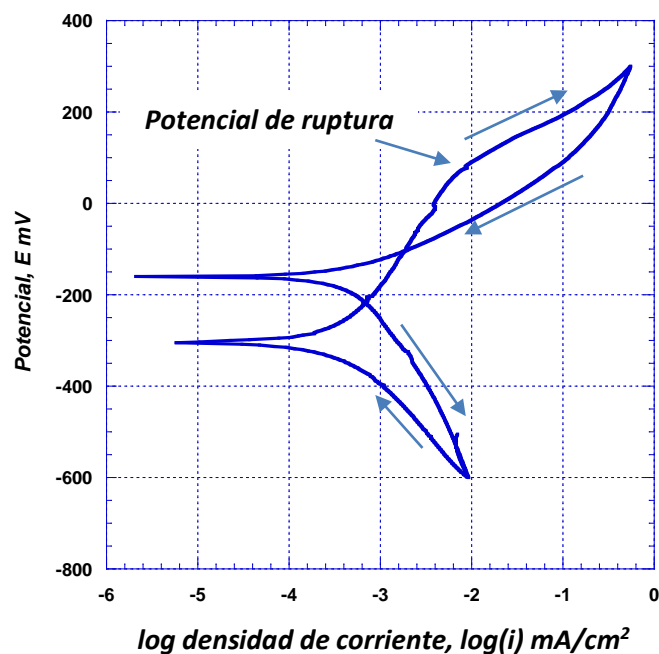


Superalcación 625, Agua salada

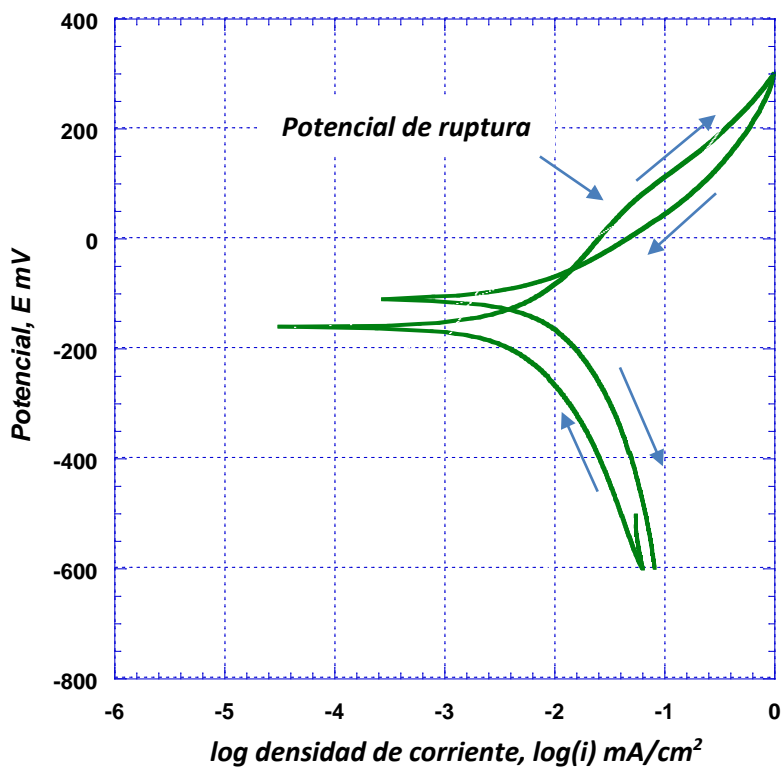


Polarización cíclica

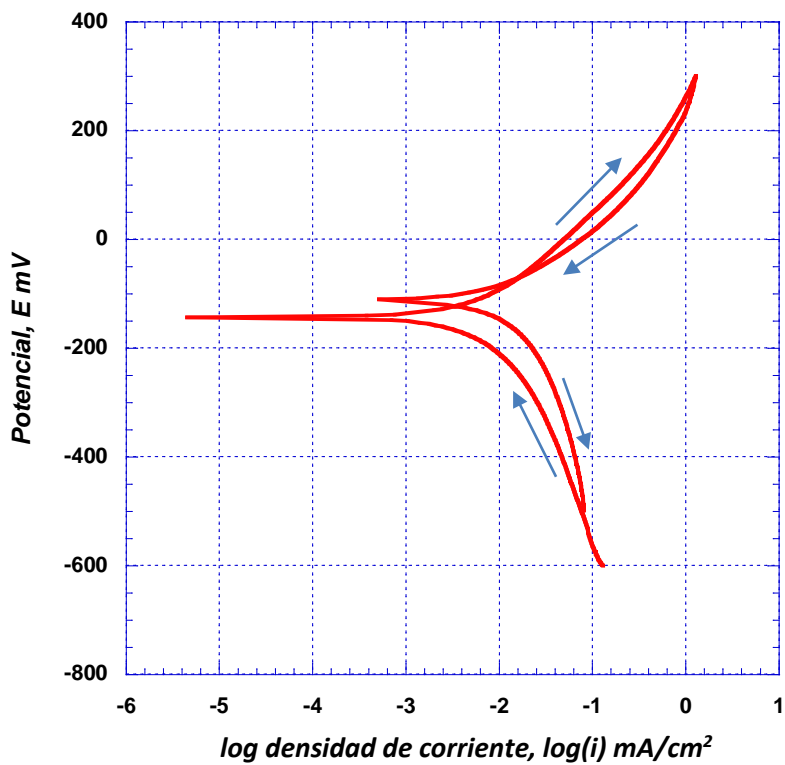
Superalcación 625, Agua salada, Ensayo 1

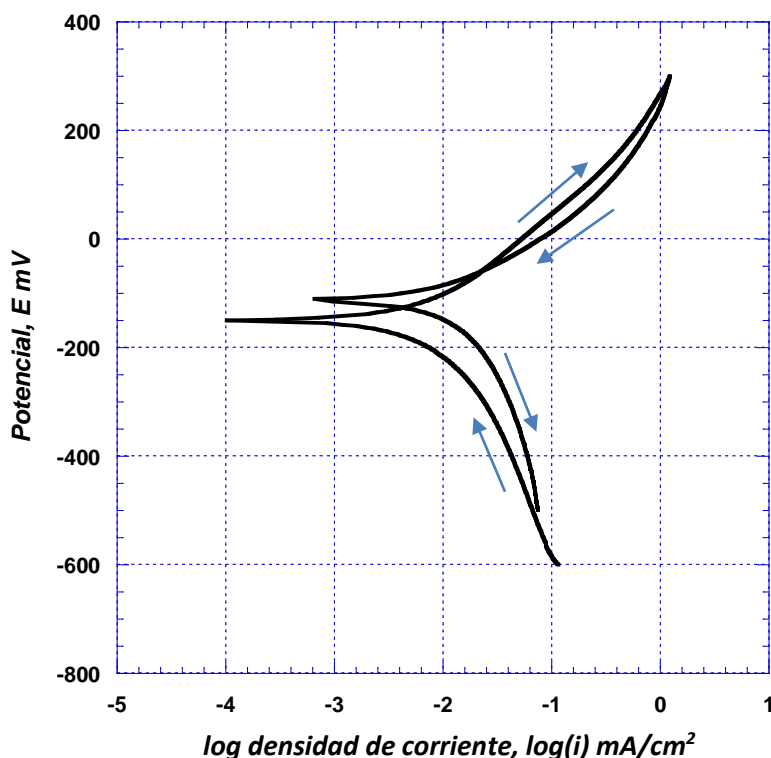


Superalación 625, Agua salada, Ensayo 2



Superalación 625, Agua salada, Ensayo 3



Superalación 625, Agua salada, Ensayo 4

Con la superaleación 625, los cuatro ensayos están hechos sobre la misma probeta y es importante que observemos el orden de las curvas de polarización cíclica. En la primera, aparece la ruptura de la capa de pasivación y en la vuelta el potencial se ha elevado de -300 mV a -150 mV, con un aumento ligero de la velocidad de corrosión, pero se ha producido una repasivación.

En los siguientes ensayos se observa que el potencial inicial (polarización de ida) es similar al de vuelta del primer ensayo, y las velocidades de corrosión son similares entre sí y claramente superiores a las obtenidas en el primer ensayo. Es destacable también que en los ensayos 2, 3 y 4, sistemáticamente, en el retorno se obtiene una velocidad de corrosión más alta que en la polarización de ida.